

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

BRUNA RAMALHO

CARACTERIZAÇÃO DAS INTERAÇÕES ORGANO-MINERAIS EM TERRA PRETA  
DE ÍNDIO

CURITIBA

2020

BRUNA RAMALHO

CARACTERIZAÇÃO DAS INTERAÇÕES ORGANO-MINERAIS EM TERRA PRETA  
DE ÍNDIO

Tese apresentada ao curso de Pós-Graduação em  
Ciência do Solo, Setor de Ciências Agrárias,  
Universidade Federal do Paraná, como requisito  
parcial à obtenção do título de Doutora em Ciência  
do Solo.

Orientador: Prof. Dr. Jeferson Dieckow

Coorientador: Prof. Dr. Vander de Freitas Melo

Coorientador: Prof. Dr. George Gardner Brown

CURITIBA

2020

Ramalho, Bruna

Caracterização das interações organo-minerais em terra preta de índio.  
/ Bruna Ramalho. - Curitiba, 2020.

Tese (Doutorado) - Universidade Federal do Paraná. Setor de Ciências  
Agrárias, Programa de Pós-Graduação em Ciência do Solo.

Orientador: Jeferson Dieckow.

Coorientadores: Vander de Freitas Melo; George Gardner Brown.

1. Carbono. 2. Nitrogenio. 3. Solos, Composição dos - Amazônia. 4.  
Solos argilosos. I. Dieckow, Jeferson. II. Melo, Vander de Freitas. III.  
Brown, George Gardner. IV. Título. V. Universidade Federal do Paraná.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO  
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO CIÊNCIA DO SOLO -  
40001016014P4

## TERMO DE APROVAÇÃO

Os membros da Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em CIÊNCIA DO SOLO da Universidade Federal do Paraná foram convocados para realizar a arguição da tese de Doutorado de **BRUNA RAMALHO** intitulada: **Caracterização das interações organo-minerais em Terra Preta de Índio**, sob orientação do Prof. Dr. JEFERSON DIECKOW, que após terem inquirido a aluna e realizada a avaliação do trabalho, são de parecer pela sua APROVAÇÃO no rito de defesa. A outorga do título de doutor está sujeita à homologação pelo colegiado, ao atendimento de todas as indicações e correções solicitadas pela banca e ao pleno atendimento das demandas regimentais do Programa de Pós-Graduação.

CURITIBA, 27 de Abril de 2020.

Assinatura Eletrônica  
27/04/2020 17:56:59.0  
JEFERSON DIECKOW  
Presidente da Banca Examinadora

Assinatura Eletrônica  
27/04/2020 17:57:28.0  
ELOANA JANICE BONFLEUR  
Avaliador Interno (UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ)

Assinatura Eletrônica  
27/04/2020 17:58:40.0  
ANTONIO CARLOS AZEVEDO  
Avaliador Externo (ESCOLA SUPERIOR DE AGRICULTURA - LUIZ DE  
QUEIROZ -USP)

Assinatura Eletrônica  
27/04/2020 18:03:15.0  
DANIEL HANKE  
Avaliador Externo (FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DO  
PAMPA)

Aos meus pais, Nilton e Ester Ramalho, meu irmão Lucas Ramalho, e ao meu noivo Eduardo Strelow pelo apoio, carinho e compreensão em todos os momentos.

Dedico.

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus pela proteção e benções recebidas ao longo desse caminho.

A minha família, em especial minha mãe Ester que me apoio desde o primeiro momento da minha vinda para Curitiba, e me encorajou para mais jamais desistir dos meus sonhos. Agradeço também ao meu pai, pelo exemplo de pessoa batalhadora, honesta e por ter acreditado em mim. E meu agradecimento também ao meu irmão Lucas e minha cunhada Dyana pelo apoio, parceria e amizade.

Ao meu noivo e companheiro da vida Eduardo, por estar presente em todas as etapas, tornando tudo mais fácil e meus dias mais felizes. A ele eu agradeço pela força nos momentos difíceis, pelo amor incondicional e pela parceria imensurável.

Ao meu orientador professor Jeferson Dieckow pelos ensinamentos, pela paciência e pela amizade. Agradeço também aos meus coorientadores professor George Gardner Brown e em especial, professor Vander de Freitas Melo, um exemplo de profissional, um grande mestre e amigo.

A todos os professores do PPG em Ciência do solo, a Denise pelas palavras de apoio e conforto, e também as laboratoristas Josiane, Fabiane, Carla e em especial a Maria, a qual foi fundamental para que esse trabalho acontecesse.

Ao professor Markus Kleber e ao Dr. Ivan Francisco de Souza pela parceria e apoio nas análises de STXM/NEXAFS. E também a Dra. Tassya Thaiza da Silva Matos pelo auxílio nas análises de EPR.

Aos meus colegas de pós-graduação, em especial a Priscila, Mariana, Ricardo, Felipe, Samara, Marcus, Wilian, Nádia e Danilo pelo apoio e amizade ao longo dessa jornada.

A todos meus amigos, em especial os que moram em Rio Negrinho-SC pela parceria e por tornarem meus finais de semana mais alegres.

A Universidade Federal do Paraná pela oportunidade de realizar a graduação, o mestrado e concluir mais essa etapa profissional do doutorado, além das bolsas de auxílio e pela moradia na Casa de Estudante (CEUC).

A EMBRAPA e ao programa TPI Network pela concessão das amostras de solo e apoio nas análises.

A CAPES pela concessão da bolsa de estudos.

A todos meu sincero obrigada!

*“Se podemos sonhar, também podemos tornar nossos sonhos realidade”.*

*Walt Disney*

## RESUMO

Associações organo-minerais são consideradas fatores-chave na permanência da matéria orgânica do solo (MOS), mas informações sobre a atuação desse mecanismo na Terra Preta de Índio (TPI) ainda são escassas. Visto que esses solos antrópicos estão sendo assumidos nos últimos anos como um modelo de sustentabilidade, entender o processo de acumulação de matéria orgânica na TPI pode ser útil para o estabelecimento de estratégias que hoje em dia possam otimizar o sequestro de carbono. O objetivo do trabalho foi avaliar a contribuição relativa da associação organo-mineral frente ao mecanismo de recalcitrância química na estabilização da matéria orgânica em solos de TPI. Para isso, cinco solos de TPI foram comparados com cinco respectivos solos de referência na região Amazônica: (i) Lago Grande e (ii) Caldeirão em Iranduba-AM; (iii) Maguari em Belterra-PA; (iv) Teotônio e (v) Santa Paula em Porto Velho-RO. Análises para quantificação de carbono e nitrogênio no solo e nas suas frações físicas, e caracterização da associação organo-mineral através de extração química sequencial e microscopia eletrônica de transmissão e varredura de raios-X acoplada à espectroscopia de estrutura fina de absorção (STXM/NEXAFS) foram aplicadas na fração argila de ambos os solos. As TPIs apresentaram acúmulos médios de 31% de carbono e 44% de nitrogênio a mais que os solos referências. A fração silte da maioria dos sítios amazônicos de TPI apresentaram maiores acúmulos de carbono e nitrogênio, e também presença de estruturas aromáticas, indicando maior humificação e estabilidade da MOS. Entretanto, a fração argila da TPI teve acúmulos de 36% de carbono e 49% de nitrogênio superiores em relação ao solo referência, além de similaridade da relação C:N dessa fração em ambos os solos, indicando que a contribuição da estabilização da MOS por associação organo-mineral pode ter um papel primário em relação a recalcitrância química. A TPI apresentou extrações de ferro, alumínio, silício e a mineralogia da fração argila similar ao solo referência, porém, maior presença de carbono carboxílico, fenólico e O-alquil. A partir da extração sequencial foi possível criar um modelo da associação organo-mineral em TPI para melhor entender a dinâmica de acúmulo de carbono e a contribuição desse mecanismo na permanência de matéria orgânica nesses solos antrópicos.

Palavras-chave: Carbono. Nitrogênio. Horizonte antrópico. Amazônia. Fração argila.



## ABSTRACT

Mineral-organic associations are considered key factors in the permanence of soil organic matter (SOM), but information about the performance of this mechanism in Amazonian Dark Earth (ADE) ("Terra Preta de Indio") is still scarce. Since these anthropic soils are being assumed in recent years as a model of sustainability, understanding the organic matter accumulation process in ADE might be useful for establishing strategies that nowadays can optimize carbon sequestration. The aim of this study was to evaluate the relative contribution of the mineral-organic association to the chemical recalcitrance mechanism in the stabilization of organic matter in ADE soils. For this, five ADE's soils were compared with five respective reference soils in the Amazon region: (i) Lago Grande and (ii) Caldeirão in Iranduba-AM; (iii) Maguari in Belterra-PA; (iv) Teotônio and (v) Santa Paula in Porto Velho-RO. Analyzes for the quantification of carbon and nitrogen in the soil and its physical fractions, and characterization of the mineral-organic association through sequential chemical extraction and scanning transmission X-ray microscopy (STXM) coupled to near edge X-ray absorption fine structure spectroscopy (NEXAFS) were applied to the clay fraction of both soils. The ADEs presented average accumulations of 31% carbon and 44% nitrogen more than the reference soils. The silt fraction of most Amazonian sites showed higher accumulations of carbon and nitrogen, and also the presence of aromatic structures, indicating greater humification and stability of the SOM. However, the clay fraction of ADE had accumulations of 36% carbon and 49% nitrogen higher than the reference soil, in addition to the similarity of the C:N ratio of this fraction in both soils, indicating that the contribution of SOM stabilization by mineral-organic association may have a primary role in relation to chemical recalcitrance. The ADE presented extractions of iron, aluminum, silicon and the mineralogy of the clay fraction similar to the reference soil, however, a greater presence of carboxylic, phenolic and O-alkyl carbon. From the sequential extraction it was possible to create a model of the mineral-organic association in ADE to better understand the dynamics of carbon accumulation and the contribution of this mechanism in the permanence of organic matter in these anthropic soils.

Keywords: Carbon. Nitrogen. Anthropic horizon. Amazon. Clay fraction.

## LISTA DE FIGURAS

### CAPÍTULO I

FIGURA 1 - ESQUEMA DE FRACIONAMENTO FÍSICO GRANULOMÉTRICO DE AMOSTRAS DE MICROAGREGADOS E MACROAGREGADOS DE SOLO.....	277
---	-----

### CAPÍTULO II

FIGURA 1 - ESQUEMA DE FRACIONAMENTO FÍSICO GRANULOMÉTRICO DE AMOSTRAS DE MICROAGREGADOS E MACROAGREGADOS DE SOLO.....	55
FIGURA 2 - RELAÇÃO ENTRE CARBONO ORGÂNICO TOTAL E FERRO TOTAL EXTRAÍDOS COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA DE MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO). ....	71
FIGURA 3 - RELAÇÃO ENTRE CARBONO ORGÂNICO TOTAL E ALUMÍNIO TOTAL EXTRAÍDOS COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA DE MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO). ....	722
FIGURA 4 - RELAÇÃO ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL E SÍLÍCIO NA FRAÇÃO ARGILA TRATADA COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO	

(IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).....	743
FIGURA 5 - DIFRATOGRAMAS DE RAIOS-X DA FRAÇÃO ARGILA NATURAL E TRATADA COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NO SÍTIO DE TEOTÔNIO (PORTO VELHO-RO). ....	766
FIGURA 6 - IMAGEM DE REGIÃO RICA EM CARBONO IDENTIFICADO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO E VARREDURA (STXM), DISTRIBUIÇÃO E ESPECTROS DE CARBONO OBTIDOS POR ESPECTROSCOPIA DE ESTRUTURA FINA DE ABSORÇÃO (NEXAFS) EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE (A) TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E (B) SOLOS REFERÊNCIA NOS SÍTIOS DE CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM) E TEOTÔNIO (PORTO VELHO-RO).....	80
FIGURA 7 - VISÃO MACRO DA ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL E EXTRAÇÕES SEQUENCIAL DA FRAÇÃO ARGILA COM (A) HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , (B) DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , (C) PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E (D) HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> NA FRAÇÃO ARGILA DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO). ....	855
FIGURA 8 - MODELO QUÍMICO DA ADSORÇÃO POR ESFERA INTERNA NOS GRUPOS FERROL E ALUMINOL DA FRAÇÃO ARGILA TRATADA COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , (B) DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , (C) PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E (D) HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> NA FRAÇÃO ARGILA DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI	

(BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO). .....	87
---	----

## LISTA DE TABELAS

### CAPÍTULO I

TABELA 1 - CARACTERÍSTICAS GERAIS DO SOLO (0-10 cm) DOS CINCO SÍTIOS DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA AVALIADOS NESTE ESTUDO.....	25
TABELA 2 - CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), NITROGÊNIO TOTAL (NT) E RELAÇÃO C:N DO SOLO DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO). ....	30
TABELA 3a - CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), NITROGÊNIO TOTAL (NT) E RELAÇÃO C:N DE FRAÇÕES FÍSICAS EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO). ....	311
TABELA 3b - CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), NITROGÊNIO TOTAL (NT) E RELAÇÃO C:N DE FRAÇÕES FÍSICAS EM MACROAGREGADOS (> 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).....	333
TABELA 4 - CARBONO ORGÂNICO TOTAL E NITROGÊNIO TOTAL (NT) EM FRAÇÕES FÍSICAS NO SOLO INTEIRO DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO). ....	355
TABELA 5 - CONCENTRAÇÕES DE RADICAIS LIVRES SEMIQUINONAS (spins g <sup>-1</sup> C) DE FRAÇÕES FÍSICAS EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO	

REFERÊNCIA NOS SÍTIOS CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM) E TEOTÔNIO (PORTO VELHO-RO).....	366
---	-----

## CAPÍTULO II

TABELA 1 – CARACTERÍSTICAS GERAIS DO SOLO (0-10 cm) DOS CINCO SÍTIOS DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA AVALIADOS NESTE ESTUDO.....	52
TABELA 2a -CARBONO ORGÂNICO TOTAL E EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).....	62
TABELA 2b -CARBONO ORGÂNICO TOTAL E EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM MACROAGREGADOS (> 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).....	63
TABELA 3a –FERRO TOTAL E EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO- RO).. .....	65
TABELA 3b – FERRO TOTAL E EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1	

	mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM MACROAGREGADOS (> 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO)..	66
TABELA 4a	-CONCENTRAÇÕES DE ÓXIDOS DE ALUMÍNIO E SILÍCIO EXTRAÍDOS COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).	68
TABELA 4b	-CONCENTRAÇÕES DE ÓXIDOS DE ALUMÍNIO E SILÍCIO EXTRAÍDOS COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM MACROAGREGADOS (> 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).....	69
TABELA 5	- LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA, DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), SUBSTITUIÇÃO ISOMÓRFICA (SI) DE Fe POR Al NA HEMATITA (Hm) NA FRAÇÃO ARGILA NATURAL E TRATADA COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L <sup>-1</sup> , DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L <sup>-1</sup> , PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L <sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L <sup>-1</sup> EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI	

(BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).....	77
---	----



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO GERAL.....</b>	<b>16</b>
<b>2 CAPÍTULO I: ESTABILIZAÇÃO DE CARBONO E NITROGÊNIO POR ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL EM FRAÇÕES FÍSICAS DE TERRA PRETA DE ÍNDIO .....</b>	<b>19</b>
2.1 RESUMO.....	19
2.2 ABSTRACT .....	20
2.3 INTRODUÇÃO .....	21
2.4 MATERIAL E MÉTODOS.....	23
2.4.1 SÍTIOS DE ESTUDO.....	23
2.4.2 COLETA DE AMOSTRAS DE SOLO E DETERMINAÇÃO DE CARBONO E NITROGÊNIO.....	23
2.4.3 FRACIONAMENTO FÍSICO GRANULOMÉTRICO .....	24
2.4.4 RESSONÂNCIA PARAMAGNÉTICA ELETRÔNICA .....	28
2.4.5 ANÁLISES ESTATÍSTICAS .....	28
2.5 RESULTADOS .....	29
2.5.1 CARBONO E NITROGÊNIO NO SOLO .....	29
2.5.2 CARBONO E NITROGÊNIO EM FRAÇÕES FÍSICAS.....	29
2.5.3 RADICAIS LIVRES SEMIQUINONAS.....	36
2.6 DISCUSSÃO .....	37
2.6.1 CARBONO E NITROGÊNIO NA TERRA PRETA DE ÍNDIO .....	37
2.6.2 ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL AVALIADA POR FRAÇÕES FÍSICAS ...	39
2.7 CONCLUSÕES .....	41
REFERÊNCIAS.....	42
<b>3 CAPÍTULO II: ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL EM TERRA PRETA DE ÍNDIO: EXTRAÇÃO SELETIVA SEQUENCIAL E RADIAÇÃO SÍNCROTON .....</b>	<b>47</b>
3.1 RESUMO.....	47
3.2 ABSTRACT .....	48
3.3 INTRODUÇÃO .....	49
3.4 MATERIAL E MÉTODOS.....	50
3.4.1 DESCRIÇÃO DOS LOCAIS .....	50

3.4.2 COLETA DE AMOSTRAS DE SOLO E SEPARAÇÃO DE CLASSES DE AGREGADOS .....	51
3.4.3 FRACIONAMENTO FÍSICO GRUNOLOMÉTRICO .....	54
3.4.4 EXTRAÇÃO SEQUENCIAL E SELETIVA DE MINERAIS E MATÉRIA ORGÂNICA .....	56
3.4.5 ANÁLISES PÓS-EXTRAÇÃO .....	58
3.4.6 IDENTIFICAÇÃO DOS MINERAIS DA FRAÇÃO ARGILA POR DIFRATOMETRIA DIFERENCIAL DE RAIOS X (DRX) E ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (ATG) E TERMODIFERENCIAL (ATD) .....	58
3.4.7 STXM/NEXAFS .....	59
3.4.8 ANÁLISES ESTATÍSTICAS .....	60
3.5 RESULTADOS .....	60
3.5.1 CARBONO ORGÂNICO .....	60
3.5.2 EXTRAÇÃO DE FERRO .....	64
3.5.3 EXTRAÇÃO DE ALUMÍNIO E SILÍCIO .....	67
3.5.4 RELAÇÕES ENTRE CARBONO, FERRO, ALUMÍNIO E SILÍCIO .....	70
3.5.5 CARACTERIZAÇÃO CRISTALOGRÁFICA DOS MINERAIS ASSOCIADOS AO CARBONO .....	71
3.5.6 ESPECIAÇÃO DO CARBONO POR STXM/NEXAFS .....	79
3.6 DISCUSSÃO .....	81
3.6.1 ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL AVALIADA POR EXTRAÇÃO SEQUENCIAL .....	81
3.6.2 PARTICULARIDADES DA ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL ENTRE TPI E SOLO REFERÊNCIA DE DIFERENTES CLASSES DE AGREGADOS .....	88
3.7 CONCLUSÕES .....	89
REFERÊNCIAS .....	90
<b>4 CONCLUSÕES GERAIS .....</b>	<b>96</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>97</b>

## 1 INTRODUÇÃO GERAL

O solo é considerado o maior reservatório de carbono terrestre (LAL, 2004; CERRI E CERRI et al., 2007); responsável por 2,96 Pg do estoque global de carbono (HAMILTON E FRIESS, 2018). Os mecanismos de estabilização da matéria orgânica são os fatores-chave para o estabelecimento de estratégias que podem potencializar esse sequestro de carbono nos solos e, assim, contribuir para limitar o aquecimento global a 1,5 °C (UNFCCC, 2015; VUUREN et al., 2017).

Associações da matéria orgânica com minerais pedogênicos, conhecidas como complexos organo-minerais, são consideradas fatores-chave na permanência e longevidade da matéria orgânica do solo (MOS) (XIAO et al., 2016). A estabilização da MOS, indicada pela redução da suscetibilidade ao ataque oxidativo e, portanto, resistência à decomposição, ocorre principalmente devido aos complexos de esfera interna, caracterizados pela formação de ligações covalentes polares entre os grupos funcionais orgânicos (carboxílico ou fenólico) e os minerais do solo (óxidos de ferro e alumínio) (OADES, 1988; CHRISTENSEN, 1996). A fase orgânica se torna reativa devido o processo de despolimerização oxidativa, em que os resíduos depositados sobre o solo sofrem redução do seu tamanho molecular e podem se tornar mais reativos (KLEBER et al., 2015; LEHMANN E KLEBER, 2015). A fração argila por conter óxidos de ferro e alumínio é considerada a grande sorvente da matéria orgânica dissolvida (KAISER E ZECH, 2000; DICK et al., 2005), podendo juntamente com a fração silte conter até 80-90% do estoque total de carbono existente no solo (GLASER et al., 2000; SALTON et al., 2005).

Considerada um dos principais mecanismos de estabilização de carbono (XIAO et al., 2016), a associação organo-mineral tem ocorrência de forma isolada ou simultaneamente (ROSCOE E MACHADO, 2002) com os processos de proteção física e recalcitrância química (CHRISTENSEN, 1996). Com seus efeitos já bastante estudados em sistemas agrícolas e nativos tropicais e subtropicais, a associação organo-mineral tem sido recentemente investigada sobre sua contribuição na estabilização de matéria orgânica de solos de terra preta de índio (TPI), que por muito tempo tem justificado seus altos estoques de carbono e nitrogênio apenas pelo mecanismo de recalcitrância química devido à presença de carvão pirogênico nesses solos.

As TPIs são solos de coloração escura encontrados predominantemente no bioma Amazônia, e tema de pesquisas de pesquisa no mundo para reprodução desses solos (GLASER, 2007) devido seus elevados teores de nutrientes como cálcio, fósforo, potássio, nitrogênio, e matéria orgânica estável, que permitem altas produtividades agrícolas. Esses solos antrópicos se tornaram um fenômeno nesses últimos anos por atuar como um modelo de sustentabilidade de práticas agrícolas no trópico úmido (GLASER E BIRK, 2012). Diferentemente dos solos adjacentes da região, as TPIs apresentam horizonte A antrópico formado a partir de atividades antropogênicas de povos pré-colombianos (CORRÊA et al., 2011), que faziam sobre os solos seus locais de moradia e depósitos de resíduos vegetais/animais, cerâmica, cinzas e carvão vegetal (COSTA et al., 2004). Através dos registros de queima desses resíduos por pirolisação, ação lenta e ambiente pobre em oxigênio, houve a incorporação do carbono negro, também chamado de *black carbon* ou biochar (GLASER et al., 2000) nesses solos (KÄMPF E KERN, 2005; COSTA et al., 2004). A estrutura aromática policíclica de alta estabilidade química e microbiana permitiu esse carbono negro pode permanecer no solo por séculos ou milênios (GLASER et al., 2001).

O carbono pirogênico no solo pode estar particulado e livre, fisicamente preso e/ou complexado a minerais (GLASER et al., 2001). Para melhor compreender essa dinâmica de acúmulo em diferentes escalas, técnicas de fracionamento da matéria orgânica têm sido fortemente empregadas. Visto que os mecanismos de estabilização pela formação de associações organo-minerais ocorrem nas frações mais finais do solo (KLEBER et al., 2015) e em escala de submicron (MUELLER et al., 2012), atualmente é aceito que a estrutura multicamada desse mecanismo se encontra em uma sequência zonal discreta, através de processos de contato, zonas hidrofóbicas e cinéticas (WERSHAW et al., 1996; HERMANN et al., 2007; KLEBER et al., 2007), não mais vista como apenas interações de grandes polímeros multifuncionais orgânicos com a fase mineral através de mecanismos de ligação (STEVENSON, 1985). Diante disso, estudos dessa natureza exigem técnicas para quantificação e identificação das associações organo-minerais, com ferramentas capazes de identificar a natureza das associações organo-minerais.

Em regiões amazônicas semelhantes diversos estudos (NOVOTNY et al., 2007; SOLOMON et al., 2007; CUNHA et al., 2009; CHAGAS et al., 2017;

SCHELLEKENS et al., 2017) identificaram o potencial dos solos de TPI em acumular carbono e nitrogênio no solo com magnitudes de 40-80% maiores quando comparado aos solos referência. Devido esses efeitos, esses solos antrópicos estão sendo assumidos nos últimos anos como um modelo de sustentabilidade de práticas agrícolas realizadas por povos pré-colombianos no trópico úmido.

Considerando que a associação organo-mineral pode desempenhar um importante papel na estabilização de matéria orgânica, os objetivos desse estudo foram: (a) quantificar a capacidade da terra preta de índio em estocar carbono e nitrogênio no solo em relação aos seus respectivos solos referências; e (b) avaliar o potencial das frações físicas da terra preta de índio em estocar carbono e nitrogênio, bem como, as alterações que esses solos antropogênicos podem causar à qualidade da matéria orgânica quando comparado aos solos referências (sem horizonte A antrópico).

## **2 CAPÍTULO I: ESTABILIZAÇÃO DE CARBONO E NITROGÊNIO POR ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL EM FRAÇÕES FÍSICAS DE TERRA PRETA DE ÍNDIO**

### **2.1 RESUMO**

As terras pretas de índio (TPI) estão sendo assumidas nesses últimos anos como resultado de um modelo de sustentabilidade de práticas agrícolas realizadas por povos pré-colombianos. Com o objetivo de quantificar o efeito da TPI nos acúmulos de carbono e nitrogênio no solo e nas frações físicas, cinco solos de TPI foram comparados com cinco respectivos solos de referência localizados na Amazônia: Lago Grande e Caldeirão (Iranduba-AM), Maguari (Belterra-PA), Teotônio e Santa Paula (Porto Velho-RO). Amostras de solo da camada de 0-10 cm foram analisadas por combustão seca para determinação de carbono orgânico total (COT) e nitrogênio (NT); e separadas em microagregados (< 0,5 mm) e macroagregados de solo (> 0,5 mm). A separação das frações físicas foi realizada por peneiração e sedimentação gravitacional através do fracionamento físico granulométrico. A concentração de COT foi em média 31% e de NT 44% maior na TPI comparado ao solo referência de ambas as classes de agregados. Os incrementos de COT pela TPI na fração silte foram em média 48% maiores nos sítios de Lago Grande, Caldeirão e Santa Paula em comparação aos solos referências. As relações C:N da fração silte foram similares ou maiores na TPI; indicando a participação de estruturas aromáticas de carbono pirogênico na estabilização de matéria orgânica. Na fração argila, independente da classe de agregado, as concentrações de COT foram em média 36% maiores na TPI; com resultados similares para NT. No entanto, a relações C:N e a concentração de radicais livres semiquinonas determinadas por ressonância paramagnética eletrônica (EPR®) foram similares na fração argila de TPI e do solo referência, sugerindo que a recalcitrância química possui um papel secundário e uma maior expressão da associação organo-mineral na estabilização de matéria orgânica na fração argila desses solos antrópicos. No geral, a TPI mostrou ter um papel fundamental nos acúmulos de COT e NT nos solos e nas frações físicas.

Palavras-chave: Matéria orgânica do solo. Relação C:N. ressonância paramagnética eletrônica. Fracionamento físico. Amazônia.

## 2.2 ABSTRACT

Amazonian Dark Earths (ADE) are being assumed in recent years as a model representing the result of sustainable soil management practices carried out by Pre-Colombian peoples. In order to quantify the effect of ADE on carbon and nitrogen accumulations in soil and physical fractions, five ADE's soils were compared with five respective reference soils located in the Amazon: Lago Grande and Caldeirão (Iranduba-AM), Maguari ( Belterra-PA), Teotônio and Santa Paula (Porto Velho-RO). Soil samples from the 0-10 cm layer were analyzed by dry combustion to determine total organic carbon (TOC) and total nitrogen (TN); and separated into microaggregates (<0.5 mm) and soil macroaggregates (> 0.5 mm). The separation of the physical fractions was performed by sifting and gravitational sedimentation through grain size physical fractionation. The TOC concentration was on average 31% and TN 44% higher in ADE compared to the reference soil of both classes of aggregates. The TOC increments by ADE in the silt fraction were on average 48% higher at the Lago Grande, Caldeirão and Santa Paula sites compared to the reference soils. The C:N ratios of the silt fraction were similar or higher in ADE; indicating the participation of aromatic pyrogenic carbon structures in the stabilization of organic matter. In the clay fraction, regardless of the aggregate class, TOC concentrations were on average 36% higher in ADE; with similar results for TN. However, the C:N ratios and the concentration of semiquinone free radicals determined by electron paramagnetic resonance (EPR®) were similar in the clay fraction of ADE and the reference soil, suggesting that chemical recalcitrance has a secondary role and a greater expression of mineral-organic association in the stabilization of organic matter in the clay fraction of these anthropic soils. Overall, ADE has been shown to play a key role in the accumulation of TOC and TN in soils and physical fractions.

Keywords: Soil organic matter. C:N ratio. electron paramagnetic resonance. Physical fractionation. Amazon.

## 2.3 INTRODUÇÃO

Sistemas de uso que mantém a matéria orgânica estabilizada no solo são vitais para a manutenção dos estoques terrestres, principalmente em regiões amazônicas onde as condições tropicais aceleram a decomposição da matéria orgânica do solo (CRASWELL E LEFROY, 2001). A terra preta de índio (TPI) compreende solos com um horizonte A antrópico com alto índice de fertilidade e matéria orgânica, resultante da deposição induzida pelo homem de material orgânico pirogênico (CLEMENT et al., 2015; WATLING et al., 2018). Esses solos ocupam cerca de 3% (6.000-18.000 km<sup>2</sup>) da Amazônia (MCMICHAEL et al., 2014; SOMBROEK et al., 2003), e estão sendo assumidos nos últimos anos como um modelo que representa o resultado de práticas sustentáveis de manejo do solo realizadas por povos pré-colombianos (GLASER et al., 2007; GLASER E BIRK, 2012).

As terras pretas de índio tem mostrado um elevado potencial em armazenar carbono no solo, (WOODS E MCCANN, 1999; GLASER et al., 2000), o que evidencia a importância desses ambientes para a qualidade do solo e para sequestro de carbono e eventuais mitigações de gases de efeito estufa. Esses solos diferem dos solos adjacentes por terem coloração escura, presença de artefatos (ex: cerâmica e ossos) e carvão pirogênico formado pela carbonização lenta em baixas temperaturas e com pouca ou nenhuma presença de oxigênio (SHAFIZADEH, 1982; LIU et al., 2013). Entretanto, as terras pretas de índio são variáveis em extensão, com relatos de manchas isoladas de metros a quilômetros de distância (WOODS e MCCANN, 2001); as maiores na Bacia da Amazônia Central (HECKENBERGER et al., 1999) a exemplo de Belterra com aproximadamente 200 ha de horizonte antrópico, porém a grande maioria com registros de menos de 2 ha (KERN et al., 2003). Além das dimensões, os diferentes costumes culturais entre as aldeias indígenas fizeram com que a fonte de detritos depositados e o sua transformação térmica gerassem terras pretas de índio com diferentes características biológicas, físico-químicas, e conseqüentemente, quantidades de carbono pirogênico. Segundo Neves et al. (2003), nesse contexto de formação das terras pretas de índio, a intensidade da ocupação do local é mais relevante do que a duração.



Cerca de 1 a 6% do carbono orgânico global está representado pelo carbono negro (NOVOTNY et al., 2009), diante disso, sua característica altamente aromática tem sido considerada o fator-chave na estabilização milenar da matéria orgânica nas terras pretas de índio. As diferentes escalas que esse carvão pirogênico pode estar distribuído no solo, partículas de carvão, cinza ou fuligem (GLASER et al., 2001) sugere que além da recalcitrância química desse material, sua distribuição em frações de diferentes granulometrias pode otimizar o acúmulo e permanência de carbono e nitrogênio por outros mecanismos, como a interação organo-mineral e a oclusão física. Em geral, é reconhecido que a fração silte de solos de terra preta de índio representa a fração mais estável, por conter até 60% do carbono pirogênico conforme observado por Glaser (1999) na região amazônica. Entretanto, o fato aceito mundialmente que a fração argila contém associações organo-minerais (CHRISTENSEN, 1992) levanta a hipótese de esse mecanismo estar fortemente associado às grandes concentrações de carbono e nitrogênio nesses solos antrópicos.

Além do aspecto quantitativo, a terra preta de índio se diferencia de solos de referência também por aspectos qualitativos da matéria orgânica do solo. Um aspecto é a aromaticidade da matéria orgânica, quantificada em concentração de radicais livres semiquinonas, um indicador do grau de aromatização da matéria orgânica (SCHINITZER E LEVESQUE, 1979). Em seu estudo através da ressonância paramagnética eletrônica (EPR), Cunha et al. (2009) observaram maiores concentrações de semiquinonas (spin  $g^{-1}$  C) nas terras pretas de índio da Amazônia comparado aos solos de referência. Os autores justificam esse fato à origem pirogênica, e também a contribuição de diferentes sistemas de uso do solo (agrícola e florestal) no aporte de material mais ou menos aromático. Diante desse debate, embora as terras pretas de índio tenham mostrado desempenhar um importante papel no acúmulo de matéria orgânica em solos tropicais, há algumas lacunas abertas sobre esse potencial de acúmulo, contribuição dos mecanismos de estabilização e a distribuição dessa matéria orgânica nesses solos.

O presente estudo teve como objetivo avaliar o potencial da terra preta de índio (TPI) em armazenar carbono e nitrogênio no solo e nas suas frações físicas, e também seus impactos na qualidade e estabilização da matéria orgânica.

## 2.4 MATERIAL E MÉTODOS

### 2.4.1 SÍTIOS DE ESTUDO

Cinco sítios de TPIs na região Amazônica que fazem parte do projeto “Terra Preta de Índio: descobrindo o passado e olhando para o futuro” foram selecionados para esse estudo: (i) Lago Grande e (ii) Caldeirão, na Amazônia Central, em Iranduba-AM; (iii) Maguari, na Baixa Amazônia, em Belterra-PA; (iv) Teotônio e (v) Santa Paula, no Sudoeste da Amazônia, em Porto Velho-RO. O clima em todos os sítios é tropical de monção, Am (Köppen), com temperatura e precipitação média anual de 26,7 °C e 2300 mm em Iranduba-AM, 24,9 °C e 1946 mm em Belterra-PA e 25,6 °C e 2255 mm em Porto Velho-RO (INMET, 2009).

Para o presente estudo, cinco pontos amostrais de solos com presença de TPI e solos referência foram selecionados nos cinco diferentes sítios, com uma distância mínima entre si de 150 m e máxima de 1,3 km (DEMETRIO, 2019). As formações de TPI nos sítios de Lago Grande e Caldeirão estão estimadas em aproximadamente 1000 anos (NEVES et al., 2004), 500 anos em Belterra (MAEZUMI et al., 2018) e 6500 anos em Porto Velho (WATLING et al., 2018). Os solos referências (adjacentes) de Lago Grande e Caldeirão foram classificados como Argissolos, de Maguari e Santa Paula como Latossolos e Teotônio como Plintossolo (EMBRAPA, 2018). Juntas essas três classes de solos abrangem cerca de 70% da região amazônica (RODRIGUES, 1996). Na seleção dos sítios foram considerados locais com diferentes teores de carbono orgânico total (COT), Fe e uso atual do solo, conforme informações adicionais sobre a caracterização das áreas na Tabela 1.

### 2.4.2 COLETA DE AMOSTRAS DE SOLO E DETERMINAÇÃO DE CARBONO E NITROGÊNIO

Em cada ponto de amostragem, as amostras foram coletadas em janeiro/fevereiro de 2016, nas camadas de 0-10, 10-20, 20-30, 30-60 e 60-90 cm de profundidade em trincheiras medindo 25 × 25 cm, conforme protocolo de amostragem de um projeto maior onde este estudo esteve inserido. Para este estudo foi selecionada apenas a camada de 0-10 cm, coletada em monólito de

acordo com o método “Tropical Soil Biology and Fertility Program (TSBF)” e apenas amostras de três pontos amostrais.

O solo retirado dos pontos amostrais com dimensões de 25 x 25 x 25 cm foi seco ao ar à temperatura ambiente para realização de terra fina seca ao ar (TFSA), e posteriormente seguiu para separação de agregados com auxílio de peneira granulométrica de malha de 0,5 mm (500  $\mu\text{m}$ ), portanto, ao final do procedimento foram obtidas duas classes de agregados: menor que 0,5 mm identificadas como microagregados e maior que 0,5 mm como macroagregados (0,5 - 2 mm).

Uma subamostra do solo inteiro, microagregado e macroagregado foi retirada e moída em gral de ágata até passar em malha de 200  $\mu\text{m}$  para determinação do teor de carbono orgânico total (COT) e nitrogênio total (NT) por combustão seca em analisador elementar Vario EL III (Elementar Analysensysteme GmbH, Germany), localizado no laboratório de Biogeoquímica do Departamento de Solos e Engenharia Agrícola da Universidade Federal do Paraná.

#### 2.4.3 FRACIONAMENTO FÍSICO GRANULOMÉTRICO

Amostras de microagregados e macroagregados foram submetidas ao fracionamento físico granulométrico (CHRISTENSEN, 1992), com a etapa de dispersão realizada por agitação com esferas e sonicação, e a separação das frações físicas por peneiração e sedimentação gravitacional (Figura 1).

Inicialmente, em um frasco de 100 mL foram colocados 20 g de amostra, 80 mL de água a pH 10 (1 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  para 10 mL de água deionizada) e sete esferas de poliacetal ( $\varnothing$  1,1 cm), que foram agitados por um período de 16 horas com o objetivo de romper os agregados > 53  $\mu\text{m}$ . A suspensão foi vertida em peneira de malha de 53  $\mu\text{m}$  para recuperar a fração areia mais matéria orgânica particulada (areia-MOP), que ainda na peneira foi lavada com jato brando de água e posteriormente seca em estufa a 45 °C. A suspensão que passou por 53  $\mu\text{m}$  foi centrifugada para concentrar os sólidos, que foram então sonicados a 200 J mL<sup>-1</sup> numa suspensão em água de 200 mL. Após sonicação a suspensão foi transferida para uma proveta de 1000 mL e submetida a 10-12 ciclos de sedimentação gravitacional para a separação das partículas de silte e argila, com o tempo de sedimentação calculado a partir da Lei de Stokes (CHRISTENSEN, 1992).

TABELA 1 – CARACTERÍSTICAS GERAIS DO SOLO (0-10 cm) DOS CINCO SÍTIOS DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA AVALIADOS NESTE ESTUDO.

	Lago Grande			Caldeirão			Maguari			Teotônio			Santa Paula		
	TPI	Ref		TPI	Ref		TPI	Ref		TPI	Ref		TPI	Ref	
<i>Município</i>	Iranduba-AM			Iranduba-AM			Belterra-PA			Porto Velho-RO			Porto Velho-RO		
<i>Coordenadas</i>	3°15'08"S	3°14'49"S	3°13'47"S	3°13'30"S	2°46'59"S	2°47'02"S	8°51'57"S	8°52'36"S	8°51'02"S	8°51'57"S	8°52'36"S	8°51'02"S	8°51'02"S	8°50'49"S	
<i>Altitude</i>	60°13'45"W	60°13'29"W	60°16'06"W	60°16'28"W	55°00'46"W	54°59'54"W	64°03'39"W	64°03'57"W	64°04'42"W	64°03'39"W	64°03'57"W	64°04'42"W	64°04'42"W	64°04'49"W	
<i>Clima</i>	54 m		54 m		146 m		83 m		83 m					83 m	
<i>Clima</i>	tropical de monção (Am)		tropical de monção (Am)		tropical de monção (Am)		tropical de monção (Am)		tropical de monção (Am)				tropical de monção (Am)		
<i>Geologia</i>	arenitos e argilitos		arenitos e argilitos		arenitos e argilitos		arenitos e pelitos		arenitos e pelitos		granito, sienitos e monzonitos		granito, sienitos e monzonitos		
<i>Solo</i>															
<i>Classe</i>	N.C. <sup>a</sup>	Argissolo	N.C.	Argissolo	N.C.	Latossolo	N.C.	Plintossolo	N.C.	Latossolo		N.C.	Latossolo		
<i>Areia (g kg<sup>-1</sup>)</i>	355	419	535	657	127	61	278	229	199	278	229	199	278	229	134
<i>Silte (g kg<sup>-1</sup>)</i>	155	149	94	51	198	159	301	298	272	301	298	272	301	298	213
<i>Argila (g kg<sup>-1</sup>)</i>	490	433	371	293	675	780	421	473	529	421	473	529	421	473	653
<i>COT (g kg<sup>-1</sup>)</i>	39,6	27,1	30,5	21,3	50,0	42,1	76,0	70,6	50,3	76,0	70,6	50,3	76,0	70,6	39,5
<i>Fe total (g kg<sup>-1</sup>)</i>	42,9	45,2	39,2	36,5	37,7	37,5	62,6	63,5	42,9	62,6	63,5	42,9	62,6	63,5	37,2
<i>Uso atual</i>	Agricultura			Floresta nativa (>20) <sup>c</sup>			Floresta nativa (>20)			Floresta nativa (<20)			Floresta nativa (<20)		
<i>Propriedades químicas</i>															
<i>pH CaCl<sub>2</sub></i>	4,5	3,9	4,7	3,6	4,2	3,7	4,9	4,2	4,9	4,9	4,2	4,9	4,9	4,2	3,9
<i>Al (cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>)</i>	0,1	2,0	0,4	2,6	1,6	3,2	0,3	3,1	0,2	0,3	3,1	0,2	0,3	3,1	2,9
<i>H+Al (cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>)</i>	10,5	8,9	7,1	7,9	11,2	10,4	8,3	12,0	7,3	8,3	12,0	7,3	8,3	12,0	11,3
<i>Ca (cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>)</i>	8,3	1,5	8,3	0,09	3,3	0,7	8,7	0,0	7,3	8,7	0,0	7,3	8,7	0,0	0,1
<i>Mg (cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>)</i>	0,7	0,08	0,8	0,0	0,3	0,0	0,7	0,0	0,8	0,7	0,0	0,8	0,7	0,0	0,0
<i>K (cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>)</i>	0,15	0,09	0,13	0,05	0,15	0,11	0,16	0,08	0,17	0,16	0,08	0,17	0,16	0,08	0,07
<i>SB (cmol<sub>c</sub> dm<sup>-3</sup>)</i>	9,1	1,7	9,2	0,1	3,8	0,8	9,6	0,1	8,3	9,6	0,1	8,3	9,6	0,1	0,2

P (mg dm <sup>-3</sup> )	518,0	17,6	295,2	29,1	13,4	13,3	293,4	9,0	259,6	67,1
CTC (mg dm <sup>-3</sup> )	19,6	10,5	16,3	8,1	15,0	11,2	17,8	12,1	15,6	11,4
V (%)	46	16	52	2	25	7	54	1	53	1
m (%)	1	55	5	95	30	80	3	97	1	95

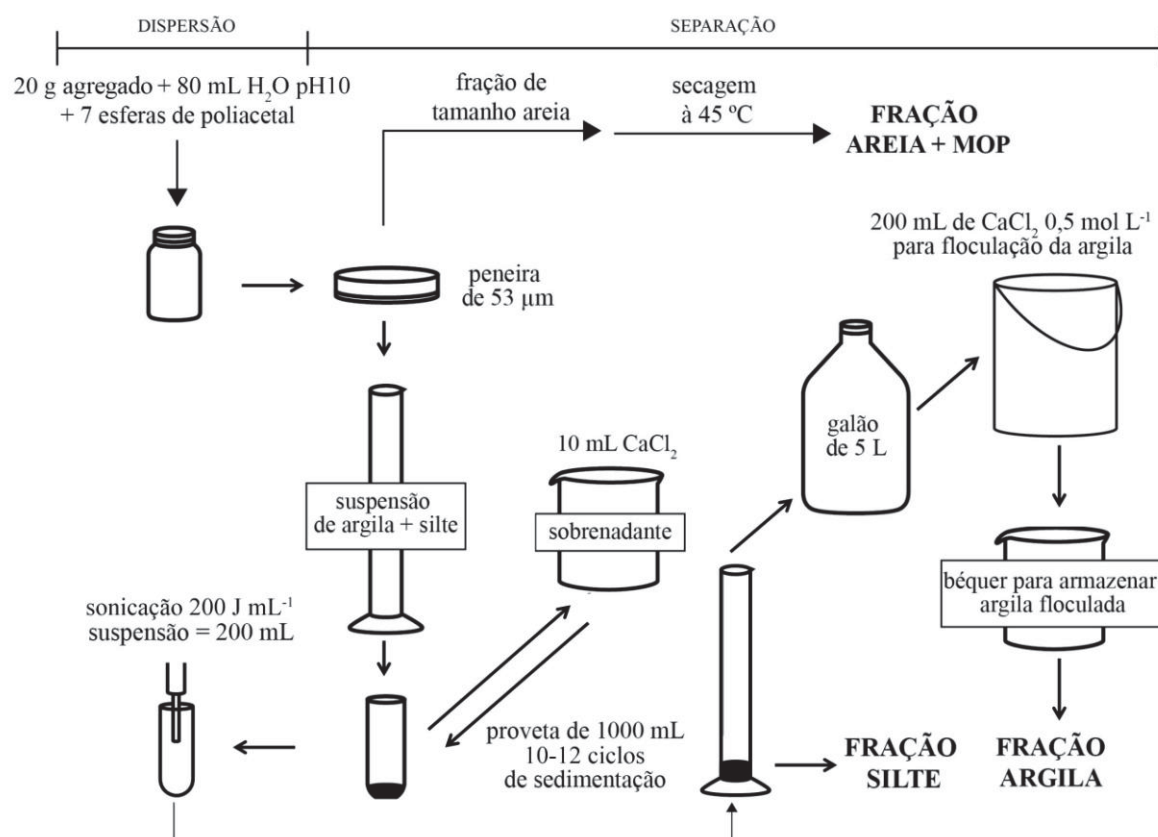
<sup>a</sup> N.C., não classificado; <sup>b</sup> método USEPA 3051a (USEPA, 2007); <sup>c</sup> floresta nativa (>20): floresta nativa com mais de 20 anos; (<20): floresta nativa com menos de 20 anos.

FONTE: A autora (2020); Embrapa Florestas (2016); CPRM (2019).

A suspensão com argila sifonada a cada ciclo de sedimentação foi transferida para um recipiente de 20 L e ao final dos ciclos, o conteúdo total do recipiente foi submetido à floculação com 200 mL de  $\text{CaCl}_2$  0,5 mol  $\text{L}^{-1}$ . Depois de 12 horas em repouso, o sobrenadante límpido foi descartado e a fração argila sedimentada no fundo seguiu para liofilização ao longo de 3-4 dias.

A fração de tamanho silte, sedimentada no fundo da proveta após o último ciclo de sedimentação foi transferida para um béquer e liofilizada. Ao final do fracionamento físico granulométrico foram então obtidas as frações areia-MOP ( $>53$   $\mu\text{m}$ ), silte (53-2  $\mu\text{m}$ ) e argila ( $<2$   $\mu\text{m}$ ). As três frações físicas granulométricas foram moídas até passar em peneira de 200  $\mu\text{m}$  para determinação dos teores de COT e NT no mesmo analisador elementar Vario EL III.

FIGURA 1 - ESQUEMA DE FRACIONAMENTO FÍSICO GRANULOMÉTRICO DE AMOSTRAS DE MICROAGREGADOS E MACROAGREGADOS DE SOLO.



FONTE: Adaptado de Ramalho (2016).

#### 2.4.4 RESSONÂNCIA PARAMAGNÉTICA ELETRÔNICA

Amostras de solo inteiro e das frações físicas (areia-MOP, silte e argila) da classe de microagregados foram analisadas por ressonância paramagnética eletrônica (EPR) para determinação da concentração de radicais semiquinonas. Previamente, as amostras foram tratadas com ácido fluorídrico a 10% (GONÇALVES et al., 2003) para remoção do íon  $\text{Fe}^{3+}$  e sua menor interferência nos espectros. Em tubos Falcon de 50 mL foram adicionados 3 g de amostra com 35 mL de solução HF 10%. A suspensão foi agitada por 12 horas, centrifugada por 10 minutos a 2000  $\times g$  e o sobrenante descartado em local apropriado, com esse ciclo de tratamento repetido oito vezes. Ao final do tratamento, foram realizados quatro ciclos de lavagem com 35 mL de água deionizada, as amostras foram centrifugadas, o sobrenadante descartado e o material sólido seco em estufa com circulação forçada de ar a 40 °C por 72 horas.

As amostras tratadas e secas foram moídas em gral de ágata, passadas em peneira de 200  $\mu\text{m}$  e analisadas por combustão seca (analisador Elementar Vario EL III) para determinação da concentração de COT e NT. Também foram determinadas as concentrações de radicais livres semiquinonas em espectrômetro Bruker ESP 300E (Bruker AXS Inc., Madison, Wisconsin, USA). A uma temperatura ambiente ( $\sim 26^\circ\text{C}$ ), o espectrômetro operou a uma frequência de 9,5 GHz (banda X) para obter as rotações presentes em cada amostra em campo magnético de 50 Gauss, amplitude de modulação de 2 Gauss e frequência de modulação de 100 kHz. O número de rotações da cada amostra foi dado pela integral dupla da área do sinal de ressonância de uma amostra padrão “weak pitch”. Os valores de concentrações de semiquinonas expressos em  $\text{spin g}^{-1}$  foram normalizados para a concentração de COT e apresentados em  $\text{spin g}^{-1} \text{ C}$ . Para reduzir custos do tratamento com HF e análises espectroscópicas, foram analisadas somente os microagregados e suas frações físicas dos sítios de Maguari e Teotônio.

#### 2.4.5 ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Foram realizados testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e variância de homogeneidade (teste de Bartlett), sem necessidade de transformação dos dados. Devido o estudo não possuir delineamento experimental regular, os dados foram

analisados por método não paramétrico através do teste t-Student, e interpretados pelo valor  $p$  e o erro padrão da amostra.

## 2.5 RESULTADOS

### 2.5.1 CARBONO E NITROGÊNIO NO SOLO

A concentração de COT no solo foi em média 31% maior na TPI comparado aos solos referências (média de  $53,9 \text{ g kg}^{-1}$  vs  $41,1 \text{ g kg}^{-1}$ ; Tabela 2); e de NT 44% maior na TPI (média de  $4,16 \text{ g kg}^{-1}$ ) em relação a referência (média de  $2,89 \text{ g kg}^{-1}$ ; Tabela 2). Entretanto, no sítio de Teotônio (Porto Velho-RO), o potencial da TPI em armazenar COT no solo não foi evidente, com resultados semelhantes estatisticamente ( $p=0,26$ ) entre a TPI ( $82,6 \text{ g kg}^{-1}$ ) e o solo referência ( $76,2 \text{ g kg}^{-1}$ ) (Tabela 2). O incremento de COT pela TPI foi de 39% em Lago Grande, 45% em Caldeirão, 42% em Maguari, 8% em Teotônio e 53% em Santa Paula em relação ao solo referência (Tabela 2). Já em relação ao NT, os incrementos foram de 18% pela TPI em Lago Grande, 67% em Caldeirão, 42% Maguari, 44% em Teotônio e 65% em Santa Paula quando comparado ao solo referência (Tabela 2). A relação C:N na TPI em relação ao solo referência foi estatisticamente ( $p<0,10$ ) maior em Lago Grande ( $15,0$  vs  $12,7$ ;  $p=0,02$ ), igual em Caldeirão ( $12,8$  vs  $13,2$ ;  $p=0,26$ ) e em Maguari ( $12,2$  vs  $12,2$   $p=0,44$ ), e menor em Teotônio ( $12,9$  vs  $17,2$ ;  $p=0,002$ ) e Santa Paula ( $12,8$  vs  $13,8$ ;  $p=0,08$ ; Tabela 2).

Ao analisar as concentrações de COT e NT, independente se TPI ou solo referência, foi possível observar uma sequência em ordem decrescente de concentrações onde: Teotônio > Maguari > Santa Paula > Lago Grande > Caldeirão (Tabela 2).

### 2.5.2 CARBONO E NITROGÊNIO EM FRAÇÕES FÍSICAS

As concentrações de COT na fração argila, independente dos sítios e classes de agregados, foram maiores na TPI em relação ao solo referência (Tabelas 3a e 3b).



TABELA 2 - CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), NITROGÊNIO TOTAL (NT) E RELAÇÃO C:N DO SOLO DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO).

	Lago Grande				Caldeirão				Maguari				Teotônio				Santa Paula			
	TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p	
<b>SOLO &lt;2 mm</b>																				
COT ( <i>g kg<sup>-1</sup> solo</i> )	40,3 ±0,6	29,0 ±0,7	0,003		32,0 ±0,6	22,0 ±0,7	0,002		60,5 ±4,6	42,7 ±1,2	0,03		82,6 ±5,7	76,2 ±6,9	0,26		54,2 ±4,8	35,4 ±1,6	0,03	
NT ( <i>g kg<sup>-1</sup> solo</i> )	2,69 ±0,1	2,28 ±0,0	0,01		2,51 ±0,1	1,67 ±0,1	0,002		4,94 ±0,4	3,49 ±0,1	0,02		6,41 ±0,3	4,44 ±0,3	0,01		4,25 ±0,5	2,57 ±0,1	0,04	
Relação C:N	15,0 ±0,6	12,7 ±0,3	0,02		12,8 ±0,5	13,2 ±0,1	0,26		12,2 ±0,0	12,2 ±0,2	0,44		12,9 ±0,4	17,2 ±0,3	0,002		12,8 ±0,4	13,8 ±0,2	0,08	

FONTE: A Autora (2020).

TABELA 3a - CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), NITROGÊNIO TOTAL (NT) E RELAÇÃO C:N DE FRAÇÕES FÍSICAS EM **MICROAGREGADOS (< 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO).

	Lago Grande				Caldeirão				Maguari				Teotônio				Santa Paula			
	TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p	
Recuperação das frações físicas durante o fracionamento (g fração g <sup>-1</sup> microagregado)																				
Areia-MOP <sup>a</sup>	380,5 ±5,0	460,2 ±7,9	0,001	562,1 ±22,0	660,6 ±24,1	0,03	175,9 ±30,9	114,7 ±4,9	0,12	309,3 ±11,9	287,6 ±9,9	0,16	226,5 ±12,3	133,6 ±4,7	0,01					
Silte	252,2 ±6,0	223,1 ±1,6	0,03	216,7 ±4,5	132,8 ±24,3	0,05	178,1 ±19,5	146,2 ±6,3	0,17	408,7 ±22,0	497,2 ±10,9	0,03	387,4 ±12,2	321,4 ±7,9	0,02					
Argila	367,4 ±4,0	316,7 ±9,0	0,01	221,2 ±17,7	206,6 ±2,0	0,29	645,9 ±18,8	739,1 ±4,8	0,13	282,0 ±14,3	215,2 ±20,5	0,04	386,1 ±19,8	545,0 ±12,6	0,01					
Total	1000	1000		1000	1000		1000	1000		1000	1000		1000	1000						
COT (g kg <sup>-1</sup> fração)																				
Areia-MOP	13,0 ±0,3	12,0 ±0,1	0,02	11,4 ±1,0	7,9 ±1,0	0,03	70,3 ±6,0	65,9 ±10,5	0,37	57,3 ±2,6	65,3 ±3,4	0,07	50,7 ±7,1	53,5 ±7,2	0,40					
Silte	97,0 ±1,4	50,9 ±1,1	0,001	69,5 ±3,7	54,2 ±2,3	0,02	108,8 ±2,0	89,9 ±7,8	0,11	67,3 ±8,6	76,5 ±10,9	0,27	54,1 ±2,8	38,8 ±6,3	0,05					
Argila	38,6 ±0,5	33,4 ±0,6	0,02	47,1 ±2,7	41,0 ±3,9	0,13	42,7 ±2,4	27,6 ±1,1	0,01	102,7 ±5,0	80,4 ±16,8	0,16	53,8 ±7,1	28,2 ±1,2	0,04					
Agregado	38,4 ±0,4	27,2 ±1,1	0,004	29,7 ±0,5	20,8 ±0,9	0,05	63,4 ±6,5	44,8 ±2,7	0,04	87,0 ±4,4	81,0 ±6,9	0,26	56,5 ±3,3	38,4 ±2,9	0,01					
NT (g kg <sup>-1</sup> fração)																				
Areia-MOP	0,70 ±0,0	0,90 ±0,0	0,03	0,80 ±0,0	0,60 ±0,1	0,05	4,70 ±0,2	3,60 ±0,5	0,08	4,10 ±0,2	3,50 ±0,2	0,06	3,00 ±0,5	2,60 ±0,3	0,28					
Silte	3,90 ±0,3	3,30 ±0,2	0,07	3,80 ±0,1	3,50 ±0,2	0,18	6,60 ±0,1	5,40 ±0,7	0,11	3,90 ±0,5	4,90 ±0,7	0,16	3,30 ±0,3	2,00 ±0,2	0,02					
Argila	3,40 ±0,0	2,80 ±0,0	0,01	4,00 ±0,3	2,90 ±0,1	0,01	3,80 ±0,2	2,50 ±0,0	0,02	8,80 ±0,6	5,90 ±1,2	0,06	4,80 ±0,6	2,30 ±0,1	0,03					
Agregado	2,60 ±0,1	2,20 ±0,0	0,04	2,40 ±0,1	1,60 ±0,1	0,002	5,20 ±0,5	3,60 ±0,3	0,04	6,70 ±0,2	5,00 ±0,3	0,01	4,40 ±0,4	2,70 ±0,1	0,03					
Relação C:N																				
Areia-MOP	18,6 ±0,4	13,3 ±0,5	0,01	14,3 ±1,3	13,2 ±0,2	0,31	15,0 ±1,2	18,3 ±0,5	0,04	14,0 ±0,1	18,7 ±0,3	0,001	16,9 ±0,8	20,6 ±0,02	0,02					
Silte	24,9 ±1,9	15,4 ±0,4	0,02	18,3 ±1,2	15,5 ±0,4	0,07	16,5 ±0,1	16,7 ±1,1	0,34	17,3 ±0,5	15,6 ±0,5	0,06	16,4 ±1,0	19,4 ±1,6	0,12					
Argila	11,4 ±0,1	11,9 ±0,2	0,06	11,8 ±0,1	14,1 ±0,9	0,05	11,2 ±0,1	11,0 ±0,3	0,47	11,7 ±0,3	13,6 ±0,1	0,01	11,2 ±0,1	12,3 ±0,2	0,01					
Agregado	14,8 ±0,6	12,4 ±0,4	0,01	12,4 ±0,5	13,0 ±0,0	0,46	12,2 ±0,1	12,4 ±0,4	0,28	13,0 ±0,4	16,2 ±0,3	0,002	12,8 ±0,6	14,2 ±0,4	0,13					

<sup>a</sup> Areia-MOP, areia mais matéria orgânica particulada (>53 µm), silte (53-2 µm) e argila (<2 µm).  
FONTE: A autora (2020).

Embora as concentrações similares estatisticamente ( $p < 0,10$ ) nos sítios de Caldeirão e Teotônio, a fração argila de microagregados de TPI apresentou um incremento de COT de 16% em Lago Grande, 15% em Caldeirão, 55% em Maguari, 28% em Teotônio e 91% em Santa Paula comparado aos solos referências; com mesma tendência de incrementos variando entre 21% e 108% também para o NT (Tabela 3a). Nos macroagregados, as concentrações de COT e NT seguiram o mesmo comportamento dos microagregados, com maiores concentrações desses elementos na fração argila de TPI em comparação com o solo referência (Tabela 3b). Os incrementos de COT pela TPI foram de 18% em Lago Grande, 20% em Caldeirão, 42% em Maguari, 10% em Teotônio e 69% em Santa Paula comparado aos solos referências. Os incrementos de NT pela TPI nessa mesma classe de agregados variaram entre 14% a 97% (Tabela 3b). De maneira geral, as relações C:N da fração argila não diferiram estatisticamente entre a TPI e o solo referência. A fração argila de microagregados de TPI apresentou uma relação C:N média de 11,5, enquanto os solos referências média de 12,6 (Tabela 3a); mesmo comportamento observado para as relações C:N da fração argila de macroagregados (11,1 vs 14,1, respectivamente; Tabela 3b).

A TPI apresentou maiores concentrações de COT na fração silte dos sítios de Lago Grande, Caldeirão, e Santa Paula em relação ao solo referência em ambas as classe de agregados (Tabelas 3a e 3b). Os incrementos de COT nessa fração de microagregados de TPI foram de 90% em Lago Grande, 28% em Caldeirão e 39% em Santa Paula (Tabela 3a). Nos sítios de Teotônio e Maguari, embora uma tendência de incremento de 21% pela TPI em Maguari, os teores de COT foram iguais estatisticamente ( $p > 0,10$ ) (Tabela 3a). Já em Teotônio, foi observado um comportamento oposto, onde o solo referência que apresentou uma tendência de maiores estoques de COT em relação à TPI; comportamentos semelhantes foram observados também nos macroagregados (Tabela 3b). As concentrações de NT em ambas as classes de agregados seguiram a mesma tendência do COT, com maiores estoques de NT na fração silte de TPI em relação aos solos referências, como exceção do sítio de Teotônio. Assim como para o COT, os maiores teores de NT de Teotônio foram no solo referência em relação a TPI (Tabela 3a e 3b). Os incrementos de NT na fração silte pela TPI variaram entre 9% a 65% nos microagregados (Tabela 3a) e 3% a 94% nos macroagregados (Tabela 3b).

TABELA 3b - CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), NITROGÊNIO TOTAL (NT) E RELAÇÃO C:N DE FRAÇÕES FÍSICAS EM **MACROAGREGADOS (> 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	Lago Grande			Caldeirão			Maguari			Teotônio			Santa Paula												
	TPI	Ref	p	TPI	Ref	p	TPI	Ref	p	TPI	Ref	p	TPI	Ref	p										
Recuperação das frações físicas durante o fracionamento (g fração g <sup>-1</sup> microagregado)																									
Areia-MOP <sup>a</sup>	357,2	±7,0	413,0	±10,8	0,02	534,3	±21,6	666,2	±4,4	0,02	105,4	±16,8	67,0	±1,3	0,10	264,6	±13,4	275,6	±4,6	0,30	164,1	±2,1	145,9	±3,9	0,02
Silte	152,2	±2,9	119,7	±5,1	0,01	127,7	±3,0	71,2	±2,6	0,001	164,1	±19,9	145,6	±11,6	0,27	331,1	±15,7	298,2	±17,0	0,16	226,9	±8,5	484,4	±8,2	0,001
Argila	490,6	±9,5	467,3	±12,9	0,15	338,0	±18,6	262,1	±6,2	0,04	730,4	±36,5	787,5	±12,9	0,17	404,3	±7,5	426,2	±13,8	0,17	609,0	±6,4	369,7	±11,9	0,004
Total	1000		1000			1000		1000			1000		1000			1000		1000			1000		1000		
COT (g kg <sup>-1</sup> fração)																									
Areia-MOP	12,0	±1,1	11,8	±0,5	0,44	10,3	±0,9	12,0	±1,7	0,22	70,9	±7,3	70,4	±2,1	0,47	26,9	±1,5	43,6	±6,3	0,06	30,2	±0,6	30,9	±6,3	0,46
Silte	91,9	±3,9	58,6	±1,0	0,01	79,6	±1,6	66,2	±1,6	0,01	94,8	±8,9	80,0	±9,4	0,16	72,4	±6,1	76,6	±2,9	0,29	54,3	±4,9	35,1	±3,8	0,02
Argila	35,3	±0,0	29,8	±0,4	0,002	41,0	±4,1	34,2	±1,1	0,13	40,1	±2,3	28,3	±3,5	0,03	91,4	±9,0	83,3	±1,3	0,23	51,6	±3,3	30,6	±2,7	0,001
Agregado	41,4	±1,1	31,0	±0,7	0,001	34,8	±0,4	23,5	±0,3	0,002	59,0	±3,7	41,8	±2,3	0,01	80,7	±6,1	73,6	±6,7	0,24	52,8	±5,8	32,1	±1,8	0,04
NT (g kg <sup>-1</sup> fração)																									
Areia-MOP	0,6	±0,1	0,7	±0,0	0,24	0,7	±0,1	0,7	±0,1	0,40	3,9	±0,3	3,2	±0,2	0,07	1,5	±0,1	1,6	±0,1	0,26	1,5	±0,1	1,3	±0,2	0,20
Silte	3,6	±0,4	3,5	±0,1	0,40	4,2	±0,1	3,6	±0,2	0,07	5,5	±0,3	4,5	±0,5	0,10	3,4	±0,4	4,4	±0,2	0,07	3,1	±0,3	1,6	±0,1	0,01
Argila	3,20	±0,0	2,80	±0,0	0,002	3,90	±0,4	2,80	±0,2	0,04	3,70	±0,2	2,60	±0,1	0,02	8,00	±0,7	5,90	±0,3	0,04	4,50	±0,5	2,3±	±0,0	0,03
Agregado	2,80	±0,0	2,40	±0,0	0,06	2,70	±0,1	1,70	±0,0	0,001	4,80	±0,3	3,40	±0,2	0,02	6,30	±0,4	4,10	±0,3	0,01	4,20	±0,6	2,40	±0,1	0,04
Relação C:N																									
Areia-MOP	20,0	±1,1	16,9	±0,8	0,09	14,7	±0,4	17,1	±0,4	0,02	18,2	±0,9	22,0	±1,1	0,02	17,9	±1,2	27,3	±1,6	0,01	20,1	±1,5	23,8	±1,7	0,13
Silte	25,6	±1,8	16,7	±0,5	0,02	19,0	±0,9	18,4	±0,5	0,25	17,2	±0,8	17,8	±0,7	0,36	21,3	±0,4	17,4	±1,3	0,06	17,6	±1,1	21,9	±0,7	0,03
Argila	11,0	±0,2	10,6	±0,3	0,24	10,6	±0,2	12,2	±0,6	0,06	10,8	±0,2	10,9	±0,8	0,38	11,4	±0,6	14,1	±0,5	0,01	11,5	±0,8	13,3	±1,0	0,14
Agregado	14,8	±0,6	12,9	±0,2	0,05	12,9	±0,5	13,8	±0,2	0,13	12,3	±0,0	12,3	±0,2	0,33	12,8	±0,4	18,0	±0,4	0,001	12,6	±0,3	13,5	±0,4	0,01

<sup>a</sup> Areia-MOP, areia mais matéria orgânica particulada (>53 µm), silte (53-2 µm) e argila (<2 µm).

FONTE: A autora (2020).

A relação C:N da fração silte de microagregados de TPI foi maior em Lago Grande, Caldeirão e Teotônio em relação ao solo referência, com uma média de 20,2 na TPI e 15,5 no solo referência. Em Maguari e Santa Paula, as relações da fração silte da TPI foram iguais estatisticamente ao solo referência, tanto em microagregados (Tabela 3a) como em macroagregados (Tabela 3b).

Na fração areia-MOP, os teores de COT e NT, independente das classes de agregados e sítios, não seguiram um padrão consistente entre a TPI e o solo referência (Tabelas 3a e 3b). As concentrações de COT na fração areia-MOP de microagregados foram estatisticamente ( $p < 0,10$ ) maiores entre a TPI e o solo referência de Lago Grande ( $13,0 \text{ g kg}^{-1}$  vs  $12,0 \text{ g kg}^{-1}$ ;  $p = 0,02$ ) e Caldeirão ( $11,4 \text{ g kg}^{-1}$  vs  $7,9 \text{ g kg}^{-1}$ ;  $p = 0,03$ ), iguais em Maguari ( $70,3 \text{ g kg}^{-1}$  vs  $65,9 \text{ g kg}^{-1}$ ;  $p = 0,37$ ) e Santa Paula ( $50,7 \text{ g kg}^{-1}$  vs  $53,5 \text{ g kg}^{-1}$ ;  $p = 0,40$ ) e menores em Teotônio ( $57,3 \text{ g kg}^{-1}$  vs  $65,3 \text{ g kg}^{-1}$ ;  $p = 0,07$ ) (Tabela 3a); com comportamentos semelhantes nos macroagregados (Tabela 3b). Comportamento não esperado foi observado em Teotônio, onde a fração areia-MOP do solo referência superou estatisticamente as concentrações de COT em relação à TPI em ambas as classes de agregados (Tabelas 3a e 3b). Como reflexo das concentrações de COT e NT, independente da classe de agregados, as relações C:N também não apresentaram um padrão na comparação entre a TPI e solo referência (Tabelas 3a e 3b).

Na comparação entre frações, o silte com exceção do sítio de Teotônio, apresentou os maiores teores de COT quando comparado à fração argila e a areia-MOP, tanto em TPI quanto no solo referência de ambas as classes de agregados (Tabelas 3a e 3b). De maneira geral, independente do solo, sítio e classe de agregado, as concentrações de COT e NT foram maiores na fração silte, intermediárias na fração argila e menores na areia-MOP (Tabelas 3a e 3b). Consideradas as frações da matéria orgânica associadas aos minerais, juntas as frações silte e argila acumularam a maior parte do COT e NT tanto nos solos de TPI quanto nos solos referências de microagregados (Tabela 3a) e macroagregados (Tabela 3b).

Embora as diferentes proporções entre as classes de agregados (Tabela 4), as concentrações e comportamentos de COT, NT e as relações C:N, independente dos solos e sítios, foram similares entre os microagregados e macroagregados (Tabelas 3a e 3b).

TABELA 4 - CARBONO ORGÂNICO TOTAL E NITROGÊNIO TOTAL (NT) EM FRAÇÕES FÍSICAS NO SOLO INTEIRO DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

Lago Grande				Caldeirão				Maguari				Teotônio				Santa Paula			
	TPI	Ref	p	TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p	
<i>Proporção das classes de agregado no solo (g agregado g<sup>-1</sup> solo)</i>																			
Microag.	373,6 ±26,5	521,9 ±71,0	0,11	545,2 ±18,3	532,3 ±35,8	0,41		348,3 ±26,2	349,1 ±12,6	0,49		310,1 ±19,5	357,2 ±20,9	0,13		384,2 ±33,2	533,2 ±13,6	0,02	
Macroag.	626,4 ±26,5	478,1 ±71,0	0,11	454,8 ±18,3	467,7 ±35,8	0,41		651,7 ±26,2	650,9 ±12,6	0,49		689,9 ±19,5	642,8 ±20,9	0,13		615,8 ±33,2	466,8 ±13,6	0,02	
Total	1000	1000		1000	1000			1000	1000			1000	1000			1000	1000		
<i>COT (g kg<sup>-1</sup> solo)</i>																			
Areia-MOP	4,7 ±0,2	5,7 ±0,0	0,03	6,2 ±0,4	6,8 ±0,6	0,27		10,1 ±1,6	6,2 ±0,1	0,10		12,1 ±0,5	15,5 ±1,8	0,14		8,0 ±0,8	6,2 ±0,6	0,11	
Silte	18,7 ±0,6	10,1 ±0,4	0,001	13,3 ±0,8	6,3 ±0,5	0,004		18,7 ±2,7	13,2 ±1,3	0,10		30,3 ±3,0	29,5 ±3,4	0,46		16,8 ±0,8	15,1 ±1,3	0,22	
Argila	16,9 ±0,4	13,2 ±0,8	0,02	12,5 ±0,3	9,0 ±0,5	0,01		31,7 ±0,4	23,3 ±0,5	0,001		40,1 ±1,9	31,1 ±1,6	0,02		29,4 ±2,3	14,1 ±0,6	0,02	
<i>NT (g kg<sup>-1</sup> solo)</i>																			
Areia-MOP	0,27 ±0,0	0,38 ±0,0	0,01	0,45 ±0,0	0,47 ±0,0	0,25		0,66 ±0,1	0,33 ±0,0	0,08		0,83 ±0,0	0,68 ±0,1	0,17		0,47 ±0,1	0,34 ±0,0	0,15	
Silte	0,80 ±0,1	0,67 ±0,0	0,16	0,80 ±0,0	0,43 ±0,0	0,004		1,18 ±0,2	0,83 ±0,1	0,10		1,85 ±0,2	1,60 ±0,2	0,35		1,04 ±0,1	0,88 ±0,1	0,18	
Argila	1,62 ±0,0	1,23 ±0,1	0,02	1,26 ±0,0	0,77 ±0,1	0,01		3,10 ±0,2	2,33 ±0,2	0,04		3,73 ±0,1	2,16 ±0,1	0,000		2,74 ±0,2	1,35 ±0,0	0,02	

<sup>a</sup> Areia-MOP, areia mais matéria orgânica particulada (>53 µm), silte (53-2 µm) e argila (<2 µm).  
 FONTE: A autora (2020).

### 2.5.3 RADICAIS LIVRES SEMIQUINONAS

Os microagregados de TPI de Caldeirão apresentaram maior grau de aromaticidade em relação ao solo referência (12,2 vs 4,0 spins  $g^{-1}$  C;  $p=0,003$ ); e comportamento oposto em Teotônio onde as maiores concentrações de radicais semiquinonas foram no solo referência em relação a TPI (22,3 vs 15,8 spins  $g^{-1}$  C;  $p=0,09$ ; Tabela 5). Nas frações físicas areia-MOP e silte de Caldeirão, as concentrações de spins  $g^{-1}$  C foram 4% e 11%, respectivamente, maiores no solo de TPI, porém não significativo estatisticamente. Na fração argila de TPI a concentração de semiquinonas foi 77% maior em comparação com o solo referência (6,6 vs 2,6 spins  $g^{-1}$  C;  $p=0,004$ ; Tabela 5). Resultado inesperado foi encontrado na fração areia-MOP e silte de Teotônio, com 59% e 46% respectivamente, mais radicais livres semiquinonas do solo referência em comparação com a TPI. Assim como em Caldeirão, a fração argila da TPI e Teotônio apresentou maior grau de aromaticidade que o solo referência (4,6 vs 3,7 spins  $g^{-1}$  C;  $p=0,10$ ; Tabela 5). Entre as frações físicas, a sequência decrescente de spins  $g^{-1}$  C foi argila > silte > areia-MOP na TPI de Caldeirão e silte > areia-MOP > argila na TPI de Teotônio. Para os solos referências, de ambos os sítios, a ordem foi silte > areia-MOP > argila (Tabela 3).

TABELA 5 - CONCENTRAÇÕES DE RADICAIS LIVRES SEMIQUINONAS (spins  $g^{-1}$  C) DE FRAÇÕES FÍSICAS EM **MICROAGREGADOS (< 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM) E TEOTÔNIO (PORTO VELHO-RO).

	Caldeirão			Teotônio		
	TPI	Ref	<i>p</i>	TPI	Ref	<i>p</i>
<i>Semiquinonas (spins (<math>\times 10^{17}</math>) <math>g^{-1}</math> de C)</i>						
Areia-MOP <sup>a</sup>	5,1 $\pm$ 3,00	4,9 $\pm$ 1,37	0,27	3,2 $\pm$ 0,78	5,10 $\pm$ 0,72	0,10
Silte	6,1 $\pm$ 0,42	5,5 $\pm$ 0,03	0,17	8,5 $\pm$ 0,81	12,40 $\pm$ 1,50	0,03
Argila	6,6 $\pm$ 1,18	2,6 $\pm$ 0,01	0,004	4,6 $\pm$ 0,46	3,70 $\pm$ 0,09	0,10
Microagregado	12,2 $\pm$ 0,21	4,0 $\pm$ 1,57	0,003	15,8 $\pm$ 0,14	22,30 $\pm$ 0,28	0,09

<sup>a</sup> Areia-MOP, areia mais matéria orgânica particulada (>53  $\mu$ m), silte (53-2  $\mu$ m) e argila (<2  $\mu$ m).  
 FONTE: A autora (2020).

## 2.6 DISCUSSÃO

### 2.6.1 CARBONO E NITROGÊNIO NA TERRA PRETA DE ÍNDIO

O fato de a TPI possuir em média 31% de COT e 44% de NT a mais que o solo referência (Tabela 2) evidencia a capacidade desses solos antrópicos em acumular maiores estoques de matéria orgânica, e sua contribuição nos serviços ecossistêmicos. A explicação mais utilizada na Ciência do Solo para os elevados conteúdos de matéria orgânica estável na TPI está justificada pela presença de carbono negro pirogênico nesses solos (GLASER et al., 2000; KÄMPF E KERN, 2005; COSTA et al., 2004), produzidos a partir de resíduos de diferentes origens (NOVOTNY et al., 2009). A deposição contínua desses resíduos pela moradia prolongada de comunidades indígenas, e a recalcitrância química do material parcial ou totalmente pirolisado, possibilitaram a permanência da matéria orgânica até os dias atuais nesses solos (COSTA et al., 2004). O carbono negro pode permanecer no solo por séculos ou milênios devido sua estrutura aromática policíclica de alta estabilidade química e microbiana (GLASER et al., 2001), considerado um importante captador de dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) em longo prazo. Diversos estudos têm relatado maiores concentrações de COT e NT em TPI, com incrementos de até 80% na Amazônia Central (SOUZA et al., 2014; CHAGAS et al., 2017; SCHELLEKENS et al., 2017).

As concentrações similares estatisticamente de COT entre a TPI e o solo referência de Teotônio (Tabela 2) podem ser explicadas pelos teores de COT originalmente altos nesses solos, independente da ação da pirólise; tanto o solo de TPI como o solo referência tiveram seus teores de COT classificados como altos na caracterização inicial das áreas (Tabela 1). Outra explicação para esse fato pode estar relacionado às condições de má drenagem nessa área. Em um cenário favorável para a mineralização da matéria orgânica devido às altas temperaturas e umidades da região Amazônica, as condições de solo mal drenado retardaram a decomposição dos resíduos vegetais, comprovado pela espessa camada de liteira sobre esse solo referência. Nesse caso o uso atual desse sítio com floresta (Tabela 1), e visto que grande parte dos processos de decomposição são aeróbicos, o solo passou a ser um sumidouro de COT devido essa decomposição desacelerada e



aumento da produção primária líquida (PPL) de matéria orgânica (NEUE et al., 1997).

Da mesma maneira que as relações C:N das TPIs não evidenciaram um padrão consistente de tendência para concluir sua atuação nessa variável (Tabela 2), alguns autores também não encontraram padrões esperados, com relações C:N de apenas 20% maiores quando comparado ao solo referência (MOREIRA et al., 2009), ou ainda sem diferenças estatísticas entre a TPI e solo referência (CHAGAS et al., 2017). As relações C:N da TPI entre 12,2 - 15,0 estão dentro da faixa encontrada por outros estudos também conduzidos na região amazônica (TEIXEIRA et al., 2009; CHAGAS et al., 2017); valores esses representados por compostos orgânicos estáveis no solo (STEVENSON, 1994). Relações C:N dentro dessa faixa, independente ou não da presença de horizonte A antrópico, ocorrem devido ao tempo de residência, estabilidade biológica e a proteção física de COT e NT em agregados estáveis (LEHMANN et al., 2003). Ademais, embora a presença de estruturas policíclicas de carvão pirogênico na TPI, o processo de pirólise em si acaba empobrecendo o solo em NT (BENITES et al., 2009), o que pode influenciar a liberação desse elemento pela imobilização microbiana e elevar as relações C:N (LEHMANN et al., 2003). Portanto, não necessariamente a presença de estruturas aromáticas pode influenciar a relação C:N do solo, o que justifica os dados similares entre a TPI e o solo referência. A diferença entre os sítios, independente do tipo de solo, ocorreu provavelmente devido à variabilidade de adições de resíduos, condições de decomposição e o tempo de formação entre as TPIs; além das condições de tempo e temperatura da pirólise que interferem quantitativamente e qualitativamente sobre os teores de COT e NT, e conseqüentemente as relações C:N do solo.

Diante do exposto, foi possível observar que a TPI tem um papel importante em acumular COT e NT, o que torna esses solos grandes estabilizadores de matéria orgânica. Entretanto, o que de fato faz com que a TPI tenha maiores estoques desses elementos pode ser melhor explicado ao observar as frações físicas separadamente, visto que, quando analisado o solo inteiro, a presença de estruturas aromáticas parece não predominar como o principal responsável pelos elevados estoques de COT e NT nesses solos antrópicos.

## 2.6.2 ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL AVALIADA POR FRAÇÕES FÍSICAS

Assim como nos resultados de COT e NT para o solo, as maiores concentrações desses elementos nas frações físicas de argila e silte de microagregados e macroagregados de TPI (Tabelas 3a e 3b) já eram esperadas. Essas frações juntas podem acumular até 80% do estoque total de COT no solo (SALTON et al., 2005). Os maiores conteúdos de COT e NT na fração argila da TPI em relação ao solo referência é um fator que explica o maior conteúdo de COT e NT no solo pela TPI. Isso está possivelmente associado ao mecanismo de associação organo-mineral nessa fração mais fina e ativa do solo; sem muito peso da aromaticidade, uma vez que, as relações C:N foram similares na fração argila da TPI e o do solo referência de ambas as classes de agregados (Tabelas 3a e 3b). A química e a distribuição da matéria orgânica ocorrem em diferentes escalas, independente da presença ou não de TPI. O material orgânico ou o próprio carvão pirogênico podem estar associados a qualquer uma das frações físicas da matéria orgânica do solo; seja na fração particulada e mais lábil, ou nas frações de silte e argila, consideradas mais estáveis quimicamente. Embora o incremento não significativo estatisticamente de COT e NT na fração argila de alguns sítios de TPI, por motivos de estoques originalmente altos desses elementos ou pela adição de resíduos de composição química diferente pelo sistema de uso atual, floresta ou agricultura, tal fato não diminui a importância desses solos antrópicos como um importante recurso para a Amazônia (SMITH, 1980; WOODS E MCCANN, 1999). Há uma clara evidência do potencial da TPI em promover acumulação de COT nas frações físicas da matéria orgânica (GLASER et al., 2001; CHAGAS et al., 2017); o que reforça sua contribuição na qualidade do solo (GERMAN et al., 2003).

A maior distribuição de COT na fração silte de TPI dos sítios de Lago Grande, Caldeirão e Santa Paula em relação ao solo referência de ambas as classes de agregados (Tabelas 3a e 3b) também ajuda a explicar os maiores conteúdos de COT e NT no solo de TPI. Maiores proporções de COT na fração silte de TPI são relatadas por Glaser (1999) e Glaser et al. (2001) nas mesmas condições tropicais amazônicas; porém, no presente estudo essa maior proporção da TPI não foi tão evidente, sendo apenas 1,2 vezes maior que o solo referência (Tabela 3a). Nesses três sítios de Lago Grande, Caldeirão e Santa Paula a relação C:N da fração silte foi similar ou maior na TPI em relação ao solo referência, sendo essa maior relação C:N

um eventual indicativo de maior aromaticidade na TPI (presença de estruturas aromáticas). Embora a TPI apresente essa tendência de maiores relações C:N, os resultados de EPR da fração silte do sítio de Caldeirão evidenciaram concentrações de spins  $\text{g}^{-1} \text{C}$  similares entre os dois tipos de solos (Tabela 5). Devido sua estrutura altamente aromática (RIFFALDI E SCHNITZER, 1972), radicais semiquinonas tem relação direta com o grau de aromaticidade da matéria orgânica. Uma hipótese para esse fato está baseada na ação de queimadas nas áreas referências, uma prática muito comum na mudança dos usos da terra, que, portanto devido o tamanho similar das partículas de carvão com as partículas de tamanho silte, estas podem ter se acumulado nessa fração intermediária (2 - 53  $\mu\text{m}$ ); situação também observada em solos subtropicais brasileiros por Dieckow et al. (2005) e Ramalho et al. (2020). No caso de Teotônio o fato dos conteúdos de COT e NT na fração silte não diferirem estatisticamente entre a TPI e o solo referência levanta a hipótese de aporte externo de material altamente lignificado ou até mesmo pirogênico nesses solos referências, o que também corrobora com os dados de EPR. As concentrações de radicais semiquinonas foram maiores estatisticamente ( $p=0,03$ ) no solo referência (12,4 spins  $\text{g}^{-1} \text{C}$ ) em relação à TPI (8,5 spins  $\text{g}^{-1} \text{C}$ ) (Tabela 5). Essa maior aromaticidade identificada nas frações areia-MOP e silte do solo referência de Teotônio indica que a alta entrada de resíduos resistentes à degradação, como lignina, polímeros e ácidos fenólicos pelo uso atual com floresta, podem ter contribuído para a maior aromaticidade (STEVENSON, 1986) no solo referência. Fato confirmado nas coletas de campo pela espessa camada de serapilheira nesse solo adjacente (dado não apresentado).

Na fração areia-MOP o COT e o NT não seguiram um padrão claro entre a TPI e solo referência de ambas as classes de agregados (Tabelas 3a e 3b), o que pode estar associado ao fato dessa fração possuir as menores proporções de COT e NT (Tabela 4) e ter sido diretamente afetada e mascarada pelo uso e manejo recente do solo. Tanto a TPI como o solo referência dos cinco sítios estão sob efeito antrópico moderno, portanto, distantes da sua condição nativa.

A escolha inicial por sítios com diferentes teores de COT (Tabela 1) justifica a maior e menor expressividade dos sítios de Teotônio e Caldeirão, respectivamente, nas concentrações de COT e NT no solo e nas frações físicas. De maneira geral, independente do teor de COT e da presença ou não de horizonte antrópico, o potencial da TPI em acumular maiores estoques está pautado não somente na

presença de estruturas aromáticas, mas também pela contribuição do mecanismo de associação organo-mineral, visto as concentrações e relações C:N similares na fração argila de ambos os solos.

A separação de classe de agregados em peneira de malha 0,5 mm (500  $\mu$ m) mostrou não ser eficiente na distinção de acúmulos de COT e NT nas frações físicas. Possivelmente uma separação em menores escalas seja necessária para observar os acúmulos preferenciais de matéria orgânica. Estudos adicionais são necessários para melhor elucidar a dinâmica de estoque de COT e NT da TPI em diferentes classes de agregados.

## 2.7 CONCLUSÕES

As terras pretas de índio possuem maiores acúmulos de carbono e nitrogênio em relação aos solos referências de diferentes sítios na região Amazônica. Isso confirma o potencial da TPI em promover sequestro de carbono, resultado de um modelo de sustentabilidade em climas tropicais.

A presença de estruturas aromáticas na fração silte de terra preta de índio indicam maior grau de aromaticidade e estabilidade de matéria orgânica no solo. Entretanto, as maiores concentrações de carbono e nitrogênio na fração argila de terra preta de índio, e a similaridade entre as relações C:N entre esse solo antrópico e o solo referência indicam que a recalcitrância química pode ter um papel secundário na estabilização de matéria orgânica do solo, e uma maior expressão do mecanismo de associação organo-mineral.

## REFERÊNCIAS

- BENITES, V.M.; TEIXEIRA, W.G.; REZENDE, M.E.; PIMENTA, A.S. Utilização de carvão e subprodutos da carbonização vegetal na agricultura: aprendendo com as terras pretas de índio. In: TEIXEIRA, W. G., KERN, D. C., MADARI, B. E., LIMA, H.N., WOODS, W (Eds). **As terras pretas de índio da Amazônia: sua caracterização e uso deste conhecimento na criação de novas áreas**. Embrapa Amazônia Ocidental, Manaus, 2009. p. 285-296.
- CHAGAS, L. F. B.; FALCÃO, N. P. S.; PADILHA, F. J.; OLIVEIRA, D. M.; GUIMARÃES, R. S.; CAMPOS, D. V. B.; MALVERDE, E. M.; FERREIRA, P. H. Z.; SOARES, R. Avaliação do impacto do cultivo de citros sobre os estoques de carbono e nitrogênio das frações leves da matéria orgânica de solos antrópicos (Terras Pretas de Índio) e solos adjacentes (Latosolos) da Amazônia Central. **Revista Virtual de Química**, v. 9, n. 5, p. 2067-2081, 2017.
- CHRISTENSEN, B. T. Carbon in primary and secondary organomineral complexes. In: CARTER, M. R., STEWART, B. A., (Eds.). **Structure and organic matter storage in agricultural soils**. Boca Raton: CRC Press; 1996. p. 97-165.
- CHRISTENSEN BT. Physical fractionation of soil organic matter in primary particle size and density separates. **Advances in Soil Science**, v. 20, p. 1-90. 1992.
- CLEMENT, C. R., DENEVAN, W. M., HECKENBERGER, M. J., JUNQUEIRA, A. B., NEVES, E. G., TEIXEIRA, W. G., WOODS, W. I. The domestication of Amazonia before European conquest. **Proceedings of the Royal Society B: Biological Sciences**, v. 282, n. 1812, p. 20150813, 2015.
- COSTA, M. L.; KERN, D. C.; PINTO, A. H. E.; SOUZA, J. R. T. The ceramic artifacts in archaeological black earth (Terra Preta) from lower Amazon region, Brazil. **Acta Amazonica**, v. 34, n. 2, p. 165-178, 2004.
- CRASWELL, E. T., LEFROY, R. D. B. The role and function of organic matter in tropical soils. In: MARTIUS, C., TIESSEN, H., VLEK, P. (Eds.). **Managing Organic Matter in Tropical Soils: Scope and Limitations**. Springer, Dordrecht, 200. p. 7-18.
- CUNHA, T. J. F., NOVOTNY, E. H., MADARI, B. E., MARTIN-NETO, L., REZENDE, M. O., CANELAS, L. P., BENITES, V. M. Spectroscopy Characterization of Humic Acids Isolated from Amazonian Dark Earth Soils (Terra Preta De Índio) In: WOODS LEHMANN, J., KERN, D. C., GLASER, B., WOODS, W. (Eds). **Amazonian Dark Earths: Wim Sombroek's Vision**, 2009. p. 363-372.
- DEMETRIO, W. C. Fauna invertebrada e qualidade do solo em Terras Pretas Amazônicas e solos adjacentes. 2019. 119 p. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) – Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/handle/1884/61887>. Acesso em: 20 nov. 2019.

DIECKOW, J., MIELNICZUK, J., KNICKER, H., BAYER, C., DICK, D. P., KOGEL-KNABNER, I. Composition of organic matter in a subtropical Acrisol as influenced by land use, cropping and N fertilization, assessed by CPMAS  $^{13}\text{C}$  NMR spectroscopy. **European Journal of Soil Science**, v. 56, p. 705-715, 2005.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. Brasília: Embrapa, 2018.

GERMAN, L. A. Ethnoscience understandings of Amazonian Dark Earths. In J. LEHMANN, J., KERN, D.C., GLASER, B., WOODS, W.I. (Eds). **Amazonian Dark Earths: Origin, Properties, Management**. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 2003. p. 179-201.

GLASER, B. Eigenschaften und Stabilität des Humuskörpers der Indianerschwarzerden Amazoniens. Tese de Doutorado. Universität Bayreuth, Fakultät für Biologie, Chemie und Geowissenschaften, Bayreuth, 1999.

GLASER, B., BALASHOV, E., HAUMAIER, L., GUGGENBERGER, G., ZECH, W. Black carbon in density fractions of anthropogenic soils of the Brazilian Amazon region. **Organic Geochemistry**, v. 31, p. 669-678, 2000.

GLASER, B., HAUMAIER, L., GUGGENBERGER, G., ZECH, W. The Terra Preta phenomenon – a model for sustainable agriculture in the humid tropics. **Naturwissenschaften**, v. 88, p. 37-41. 2001.

GLASER, B. Prehistorically modified soils of central Amazonia: A model for sustainable agriculture in the twenty-first. **Philosophical transactions of the Royal Society of London**, London, UK, v. 362, p. 187-196, 2007.

GLASER, B., BIRK, J. J. State of the scientific knowledge on properties and genesis of Anthropogenic Dark Earths in Central Amazonia (Terra Preta de Índio). **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 82, p. 39-51, 2012.

GOLÇALVES, C.N.; DALMOLIN, R.S.D.; DICK, D.P.; KNICKER, H.; KLAMT, E. KOGEL-KNABNER, I. The effect of 10% HF treatment on the resolution of CPMAS  $^{13}\text{C}$  NMR spectra and on the quality of organic matter in Ferralsols. **Geoderma**, v. 116, p. 373-392, 2003.

HECKENBERGER, M., PETERSEN, J.B., NEVES, E.G. Village size and permanence in Amazônia: two archaeological examples from Brazil. **Latin American Antiquity**, v. 10, p. 353-376, 1999.

INSTITUTO NACIONAL DE METEOROLOGIA - INMET. Normas Climatológicas do Brasil. Brasília: 2009.

KÄMPF N., KERN D. C. O solo como registro da ocupação humana pré-histórica na Amazônia. In: VIDAL-TORRADO P., ALLEONI, L. R. F., COOPER, M., SILVA, A.P., CARDOSO, E.J. (Eds). **Tópicos em Ciência do Solo**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2005. p. 277-320.



KERN, D. C., D'AQUINO, G., RODRIGUES, T. E., FRASÃO, F. J. L., SOMBROEK, W., MYERS, T. P., NEVES, E. G. Distribution of Amazonian Dark Earths in the Brazilian Amazon. In LEHMANN, J., KERN, D. C., GLASER, B., WOODS, W. (Eds.). **Amazonian Dark Earths: Origin, Properties, Management**. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 2003. P. 51-75.

LEHMANN, J., KERN, D.C., GERMAN, L.A., MCCANN, J., MARTINS, G.C., MOREIRA, A. Soil fertility and production potential. In J. LEHMANN, J., KERN, D.C., GLASER, B. WOODS, W.I. (Eds.). **Amazonian Dark Earths: Origin, Properties, Management**. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 2003, p. 105-124.

LIU, Z., QUEK, A., HOEKMAN, S.K., BALASUBRAMANIAN, R. Production of solid biochar fuel from waste biomass by hydrothermal carbonization. **Fuel**, v. 103, p. 943-949, 2013.

MAEZUMI, S. Y., ALVES, D., ROBINSON, M., DE SOUZA, J. G., LEVIS, C., BARNETT, R. L., IRIARTE, J. The legacy of 4,500 years of polyculture agroforestry in the eastern Amazon. **Nature Plants**, v. 4, n. 8, p. 540–547, 2018.

MCMICHAEL, C. H., PALACE, M. W., BUSH, M. B., BRASWELL, B., HAGEN, S., NEVES, E. G., CZARNECKI, C. Predicting pre-Columbian anthropogenic soils in Amazonia. **Proceedings of the Royal Society B: Biological Sciences**, v. 281, n. 1777, p. 20132475, 2014.

MOREIRA, A.; TEIXEIRA, W. G.; MARTINS, G. C. Extratores e disponibilidade de micronutrientes em Terra Preta de Índio da Amazônia Central. **Ciencia del Suelo**, v. 27, p. 127-34, 2009.

NEVES, E. G., PETERSON, J. B., BARTONE, R. N., DA SILVA, C. A. Historical and socio-cultural origins of Amazonian Dark Earths. In LEHMANN, J., KERN, D. C., GLASER, B., WOODS, W. (Eds.). **Amazonian Dark Earths: Origin, Properties, Management**. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 2003. p. 29-49.

NEVES, E. G., PETERSEN, J. B., BARTONE, R. N., & HECKENBERGER, M. J. The timing of Terra Preta formation in the central Amazon: archaeological data from three sites. In: GLASER, B., WOODS, W. I. (Eds). **Amazonian Dark Earths: Explorations in Space and Time**. Berlin: Springer, 2004. p. 125–134.

NOVOTNY, E. H., HAYES, M. H. B., MADARI, B. E., BONAGAMBA, T. J., De AZEVEDO, E. R., De SOUZA, A. A., SONG, G., NOGUEIRA, C. M., MANGRICH, A. S. Lessons from the Terra Preta de Índios of the Amazon Region for the utilization of charcoal for soil amendment. **Journal of Brazilian Chemical Society**, v. 20, p. 1003-1010, 2009.

RAMALHO, B. Carbono, nitrogênio e semiquinonas em Latossolo subtropical sob sistemas de preparo e integração lavoura-pecuária. 2016. 84 p. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo) – Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/42129/R%20-%20D%20>

[%20BRUNA%20RAMALHO.pdf?sequence=1&isAllowed=y](#). Acesso em: 16 jan. 2020.

RAMALHO, B., DIECKOW, J., BARTH, G., SIMON, P. L., MANGRICH, A. S., BREVILIERI, R. C. No-tillage and ryegrass grazing effects on stocks, stratification and lability of carbon and nitrogen in a subtropical Umbric Ferralsol. **European Journal of Soil Science**, Special Issue, p. 1–14, 2020.

RIFFALDI, R., SCHNITZER, M. Electron spin resonance spectrometry of humic substances. **Soil Science Society of America Journal**, v. 36, p. 301-305, 1972.

RODRIGUES, T.E. Solos da Amazônia. In: ALVARES, V. V. H, FONTES L. E. F, FONTES M. P. F (Eds.). **O Solo nos Grandes Domínios Morfoclimáticos do Brasil e o Desenvolvimento Sustentado**. Viçosa. SBCS. UFV, 1996, p. 19-60.

SALTON, J. C. Matéria orgânica e agregação do solo na rotação lavoura-pastagem em ambiente tropical. 2005. 158 p. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre (RS). 2005.

SHELLEKENS, J., ALMEIDA-SANTOS, T., MACEDO, R. S., BUURMAN, P., KUYPER, T. W., VIDAL-TORRADO, P. Molecular composition of several soil organic matter fractions from anthropogenic black soils (Terra Preta de Índio) in Amazonia-A pyrolysis-GC/MS study. **Geoderma**, v. 288, p. 154-165, 2017.

SCHNITZER, M. LEVESQUE, M. Electron spin resonance as a guide to the degree of humification of peats. **Soil Science**, v, 127, p. 140-145, 1979.

SMITH, N. J. H. Anthrosols and human carrying capacity in Amazônia. **Annals of the Association of American Geographers**, v. 70, p. 553-566, 1980.

SHAFIZADEH, F. Introduction to pyrolysis of biomass. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 3. p. 283-305, 1982.

SOMBROEK, W. I. M., RUIVO, M. D. L., FEARNside, P. M., GLASER, B., LEHMANN, J. In: LEHMANN, J., KERN, D.C., GLASER, B., WOODS, W.I. (Eds.). Amazonian dark earths as carbon stores and sinks. In: **Amazonian dark earths**. Springer, Dordrecht, 2003. p. 125-139.

SOUZA, C. R., De AZEVEDO, C. P., ROSSI, L. M. B., Dos SANTOS, J., HIGUCHI, N. Projection of diametric distribution and carbono stock of a managed forest in Manaus/AM. **Floresta**, v.44, p.525-534, 2014.

STEVENSON, F. J. **Humus chemistry: genesis, composition, reactions**. 2nd ed. New York: John Willey; 1994.

STEVENSON, F. J. **Cycles of soil: Carbon, nitrogen, phosphorus, sùlfur, micronutrients**. John Wiley and Sons, New York, NY, 1989.



TEIXEIRA, W. G., KERN, D. C., MADARI, B. E., LIMA, H. N., WOODS, W. **As terras pretas de índio da Amazônia: sua caracterização e uso deste conhecimento na criação de novas áreas**. 1. ed. Manaus: Embrapa Amazônia Ocidental, 2009.

WATLING, J., SHOCK, M. P., MONGELÓ, G. Z., ALMEIDA, F. O., KATER, T., DE OLIVEIRA, P. E., NEVES, E. G. Direct archaeological evidence for Southwestern Amazonia as an early plant domestication and food production centre. **PLoS One**, v. 13, n. 7, 2018.

WOODS, W.I., MCCANN, J.M. The anthropogenic origin and persistence of Amazonian dark earths. **Yearbook of the Conference of Latin Americanist Geographers**, v. 25, p. 7-14, 1999.

WOODS, W.I., MCCANN, J.M. Origen y persistencia de las tierras negras de la Amazonía. In Hiraoka, M., Mora, S. (Eds.). **Desarrollo Sostenible en la Amazonía: Mito o Realidad?** 2001, p. 23-30.

### 3 CAPÍTULO II: CARACTERIZAÇÃO DA ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL EM TERRA PRETA DE ÍNDIO

#### 3.1 RESUMO

Associações de grupos funcionais orgânicos com minerais pedogênicos são fatores-chave para o tempo de residência da matéria orgânica do solo (MOS). Com o objetivo de avaliar e caracterizar a contribuição relativa de diferentes fases minerais na estabilização da matéria orgânica em Terra Preta de Índio (TPI) por associação organo-mineral, a TPI foi comparada com o solo adjacente de referência em cinco sítios localizados na Amazônia: Lago Grande e Caldeirão (Iranduba-AM), Maguari (Belterra-PA), Teotônio e Santa Paula (Porto Velho-RO). Na fração argila de microagregados ( $< 0,5$  mm) e macroagregados ( $> 0,5$  mm) de solo foi realizada a extração química sequencial: hidroxilamina (HH)  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ , ditionito de sódio (DT)  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ , pirofosfato de sódio (PYR)  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  e hidróxido de sódio (NaOH)  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ . Análises posteriores por difratometria de raios-X e microscopia eletrônica de transmissão e varredura de raios-X acoplada à espectroscopia de estrutura fina de absorção (STXM/NEXAFS) foram aplicadas para caracterização do mecanismo de associação organo-mineral. Através da sobreposição de extratores foi possível identificar a importância das diferentes fases minerais na estabilização do *pool* de matéria orgânica no solo. O PYR extraiu em média 60% do carbono orgânico total nas TPI e nos solos referências em relação à HH, DT e NaOH. Correlações entre parâmetros cristalográficos da hematita, goethita, caulinita e o carbono após a extração com DT e NaOH mostraram a preferência de sorção por minerais de baixa cristalinidade e menor tamanho de cristal. De modo geral, as extrações de carbono orgânico, ferro, alumínio e silício não diferiram entre as TPI e os solos referências. A TPI apresentou maiores concentrações de carbono de natureza mais aromática e fenólica em relação ao solo referência. A dinâmica de estabilização de matéria orgânica por associação organo-mineral foi similar entre os solos de TPI e referências. A extração química sequencial permitiu a elaboração de um modelo da dinâmica de associação organo-mineral nesses solos amazônicos, independente da presença ou não de horizonte antrópico.

Palavras-chaves: Horizonte antrópico. Fração argila. Carbono orgânico. Óxidos de ferro e alumínio. Caulinita. DRX. Microespectroscopia.

### 3.2 ABSTRACT

Associations of organic functional groups with pedogenic minerals are key factors for the residence time of soil organic matter (SOM). In order to evaluate and characterize a relative contribution of different stabilized mineral phases to organic matter in Amazonian Dark Earth (ADE) by mineral-organic association, a ADE was compared with the adjacent reference soil in five sites located in the Amazon: Lago Grande and Caldeirão (Iranduba-AM), Maguari (Belterra-PA), Teotônio and Santa Paula (Porto Velho-RO). The clay fraction of microaggregates ( $< 0.5$  mm) and macroaggregates ( $> 0.5$  mm) of soil was carried out by sequential chemical extraction: hydroxylamine (HH)  $0.1 \text{ mol L}^{-1}$ , sodium dithionite (DT)  $0.5 \text{ mol L}^{-1}$ , sodium pyrophosphate (PYR)  $0.1 \text{ mol L}^{-1}$  and sodium hydroxide (NaOH)  $0.2 \text{ mol L}^{-1}$ . Subsequent analyzes by X-ray diffraction (XRD) and scanning transmission X-ray microscopy (STXM) coupled to near edge X-ray absorption fine structure spectroscopy (NEXAFS) were applied to characterize the mineral-organic association mechanism. Through the overlapping of extractors it was possible to identify the importance of the different mineral phases in the stabilization of the organic matter pool in the soil. PYR extracted an average of 60% of the total organic carbon in ADE and reference soils in relation to HH, DT and NaOH. Correlations between crystallographic parameters of hematite, goethite, kaolinite and carbon after extraction with DT and NaOH showed the preference for sorption by low-crystalline minerals and smaller crystal size. In general, as extractions of organic carbon, iron, aluminum and silicon did not differ between ADE and the reference soils. The ADE presented higher levels of carbon of a more aromatic and phenolic nature compared to the soil reference. A stabilization of organic materials by mineral-organic association was similar between ADE and reference soils. Sequential chemical extraction allowed the development of a model of the mineral-organic association dynamics in these Amazonian soils, regardless of the presence or absence of an anthropic horizon.

Keywords: Anthropic horizon. Clay fraction. Organic carbon. Iron and aluminum oxides. Kaolinite. XRD. Microspectroscopy.

### 3.3 INTRODUÇÃO

Associações da matéria orgânica com minerais pedogênicos, conhecidas como complexos organo-minerais, são consideradas fatores-chaves na permanência da matéria orgânica do solo (MOS) (TORN et al., 1997, KÖGEL-KNABNER et al., 2008; XIAO et al., 2016). A estabilização do material orgânico, indicado pela reduzida susceptibilidade através do ataque oxidativo e, portanto, resistência à decomposição, ocorre principalmente devido aos complexos de esfera interna. Esse mecanismo é caracterizado pela formação de ligações polares covalentes entre grupos funcionais orgânicos (carboxílicos e fenólicos) e os minerais do solo (óxidos de ferro e alumínio) (KLEBER et al., 2015). A retenção em longo prazo torna a associação organo-mineral o maior mecanismo estabilizador de carbono no solo (XIAO et al., 2016), com estabilização simultânea por proteção física e/ou recalcitrância química (Christensen, 1996).

A associação organo-mineral é estudada há muito tempo na Ciência do Solo, mas informações sobre esse mecanismo na Terra Preta de Índio (TP) ainda são escassas. Solos de TPI estão sendo assumidos nos últimos anos como um modelo que representa o resultado de práticas sustentáveis de manejo do solo realizadas por povos pré-colombianos (GLASER E BIRK, 2012). As TPIs compreendem solos que possuem um horizonte A antrópico com alta fertilidade e conteúdo de matéria orgânica altamente estável, resultante da deposição induzida pelo homem de material orgânico pirogênico. Embora se saiba sobre a recalcitrância química pela presença de estruturas aromáticas nesses solos, entender o processo de acumulação da matéria orgânica por associação organo-mineral pode ser útil para o estabelecimento de estratégias para otimizar o sequestro de carbono nos solos (UNFCCC, 2015; VUUREN et al., 2017).

Devido sua complexidade de extração e quantificação em escala submicron (nm) (MUELLER et al., 2012), a importância relativa da associação organo-mineral é pouco estudada e estimada (PILLON et al., 2002) e, até a década passada, esse mecanismo tem sido quantificado por técnicas analíticas baseadas em massa, pouco sensíveis na identificação da composição elementar e na forma química de ambas as fases envolvidas. Pesquisas recentes (COWARD et al., 2017; HECKMANN et al., 2018) têm utilizado técnicas como a dissolução seletiva sequencial para quantificação da associação organo-mineral. Devido sua eficiência

na quantificação das classes de minerais funcionais, bem como, do carbono orgânico ligado a essas diferentes fases, a extração química sequencial tem sido considerada uma ferramenta eficiente para identificar a natureza das associações organo-minerais. As fases minerais ativas representadas principalmente pelos óxidos de ferro e alumínio são consideradas as grandes sorventes da matéria orgânica dissolvida (KAISER E ZECH, 2000; DICK et al., 2005). A quantidade, o tipo e o grau de cristalinidade desses minerais impactam diretamente na intensidade da associação organo-mineral, bem como a natureza dos grupos funcionais orgânicos.

Segundo o novo modelo conceitual de Kleber et al. (2007), a associação organo-mineral apresenta uma estrutura multicamada com zonas hidrofóbicas, cinéticas e mecanismos de contatos. Com isso, técnicas como a microscopia eletrônica de transmissão e varredura de raios-X acoplada à espectroscopia de estrutura fina de absorção (STXM/NEXAFS), devido sua resolução espacial superior, alta sensibilidade e capacidade multi-coleção permitem caracterizar a composição e a distribuição dos grupos funcionais da matéria orgânica que podem estar associadas às superfícies minerais (HOPPE et al., 2013). A combinação dessas técnicas permite o mapeamento da distribuição e a heterogeneidade do carbono orgânico do solo. Remusat et al. (2014) identificaram associações de grupos funcionais carboxílicos com ferro pela combinação de STXM/NEXAFS como uma mistura de grupos funcionais e também regiões ricas em carbono pirogênico associadas a superfícies minerais.

O objetivo do trabalho foi quantificar e avaliar a contribuição relativa de diferentes fases minerais na estabilização de matéria orgânica, bem como caracterizar a associação organo-mineral em Terra Preta de Índio de regiões da Amazônia brasileira.

### 3.4 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.4.1 DESCRIÇÃO DOS LOCAIS

Cinco locais situados na região amazônica foram selecionados para esse estudo: sítios de Lago Grande e Caldeirão no município de Iranduba-AM, na Amazônia Central, o sítio de Magurari em Belterra-PA, na Baixa Amazônia, e os sítios de Teotônio e Santa Paula em Porto Velho-RO no Sudoeste da Amazônia

(Tabela 1). O clima em todas as regiões é classificado como tropical de monção, Am (Köppen), com temperatura média mensal variando entre 25,8 °C no mês mais quente e 25,2° C no mês mais frio, e com precipitação pluviométrica anual de 2400 mm (INMET, 2009).

Para esse estudo foram selecionados solos com presença de terra preta de índio (horizonte A antrópico) e seus respectivos solos referências. De acordo com Neves et al. (2004), as formações de TPI em Iranduba são estimadas em 1000 anos, no município de Belterra aproximadamente 500 anos (MAEZUMI et al., 2018), enquanto as TPIs de Porto Velho foram classificadas com cerca de 6500 anos (WATLING, et al., 2018). Os solos referências dos sítios de Lago Grande e Caldeirão foram classificados como Argissolos, de Maguari e Santa Paula como Latossolos e de Teotônio como Plintossolo (EMBRAPA, 2018). Para seleção dos sítios foi levado em consideração solos com distintos teores de carbono orgânico total (COT) e Fe total, conforme informações adicionais sobre a caracterização das áreas na Tabela 1.

#### 3.4.2 COLETA DE AMOSTRAS DE SOLO E SEPARAÇÃO DE CLASSES DE AGREGADOS

A coleta de amostras deformadas de solos foi realizada em janeiro/fevereiro de 2016, nas camadas de 0-10, 10-20, 20-30, 30-60 e 60-90 cm de profundidade em cinco pontos amostrais com abertura de trincheiras medindo 25 × 25 cm, de acordo com o método “Tropical Soil Biology and Fertility Program (TSBF)”. Para esse estudo foram selecionadas apenas amostras de três pontos amostrais da camada de 0-10 cm de profundidade.

As amostras de solo foram secas ao ar à temperatura ambiente, destorroadas e passadas em peneira de 2 mm para realização de terra fina seca ao ar (TFSA). Posteriormente foram passadas em peneira granulométrica de malha de 0,5 mm (500 µm) para separação em duas classes de agregados: menor que 0,5 mm (microagregados) e maior que 0,5 mm (macroagregados; 0,5 - 2 mm).

TABELA 1 - CARACTERÍSTICAS GERAIS DO SOLO (0-10 cm) DOS CINCO SÍTOS DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA AVALIADOS NESTE ESTUDO.

	Lago Grande			Caldeirão			Maguari			Teotônio			Santa Paula		
	TPI	Ref		TPI	Ref		TPI	Ref		TPI	Ref		TPI	Ref	
Município	Iranduba-AM			Iranduba-AM			Belterra-PA			Porto Velho-RO			Porto Velho-RO		
Coordenadas	3°15'08"S	3°14'49"S		3°13'47"S	3°13'30"S		2°46'59"S	2°47'02"S		8°51'57"S	8°52'36"S		8°51'02"S	8°50'49"S	
Altitude	60°13'45"W	60°13'29"W	54 m	60°16'06"W	60°16'28"W	54 m	55°00'46"W	54°59'54"W	146 m	64°03'39"W	64°03'57"W	83 m	64°04'42"W	64°04'49"W	83 m
Clima	tropical de monção (Am)			tropical de monção (Am)			tropical de monção (Am)			tropical de monção (Am)			tropical de monção (Am)		
Geologia	arenitos e argilitos			arenitos e argilitos			arenitos e pelitos			granito, sienitos e monzonitos			granito, sienitos e monzonitos		
Solo															
Classe	N.C. <sup>a</sup>	Argissolo		N.C.	Argissolo		N.C.	Latossolo		N.C.	Plintossolo		N.C.	Latossolo	
Areia (g kg <sup>-1</sup> )	355	419		535	657		127	61		278	229		199	134	
Silte (g kg <sup>-1</sup> )	155	149		94	51		198	159		301	298		272	213	
Argila (g kg <sup>-1</sup> )	490	433		371	293		675	780		421	473		529	653	
COT (g kg <sup>-1</sup> )	39,6	27,1		30,5	21,3		50,0	42,1		76,0	70,6		50,3	39,5	
Fe total (g kg <sup>-1</sup> )	42,9	45,2		39,2	36,5		37,7	37,5		62,6	63,5		42,9	37,2	
Uso atual	Agricultura			Floresta nativa (>20) <sup>c</sup>			Floresta nativa (>20)			Floresta nativa (<20)			Floresta nativa (<20)		
Propriedades químicas															
pH CaCl <sub>2</sub>	4,5	3,9		4,7	3,6		4,2	3,7		4,9	4,2		4,9	3,9	
Al (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	0,1	2,0		0,4	2,6		1,6	3,2		0,3	3,1		0,2	2,9	
H+Al (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	10,5	8,9		7,1	7,9		11,2	10,4		8,3	12,0		7,3	11,3	
Ca (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	8,3	1,5		8,3	0,09		3,3	0,7		8,7	0,0		7,3	0,1	
Mg (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	0,7	0,08		0,8	0,0		0,3	0,0		0,7	0,0		0,8	0,0	
K (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	0,15	0,09		0,13	0,05		0,15	0,11		0,16	0,08		0,17	0,07	
SB (cmol <sub>c</sub> dm <sup>-3</sup> )	9,1	1,7		9,2	0,1		3,8	0,8		9,6	0,1		8,3	0,2	
P (mg dm <sup>-3</sup> )	518,0	17,6		295,2	29,1		13,4	13,3		293,4	9,0		259,6	67,1	

CTC (mg dm <sup>-3</sup> )	19,6	10,5	16,3	8,1	15,0	11,2	17,8	12,1	15,6	11,4
V (%)	46	16	52	2	25	7	54	1	53	1
m (%)	1	55	5	95	30	80	3	97	1	95

<sup>a</sup> N.C., não classificado; <sup>b</sup> método USEPA 3051a (USEPA, 2007); <sup>c</sup> floresta nativa (>20): floresta nativa com mais de 20 anos; (<20): floresta nativa com menos de 20 anos.

FONTE: A autora (2020); Embrapa Florestas (2016); CPRM (2019).



### 3.4.3 FRACIONAMENTO FÍSICO GRUNOLOMÉTRICO

Amostras deformadas de microagregados e macroagregados foram submetidas ao fracionamento físico granulométrico (CHRISTENSEN, 1992; adaptado de RAMALHO, 2016). Para a etapa de dispersão foi realizada agitação com auxílio de esferas e sonicação, e para a separação o uso de peneiração e sedimentação gravitacional (Figura 1).

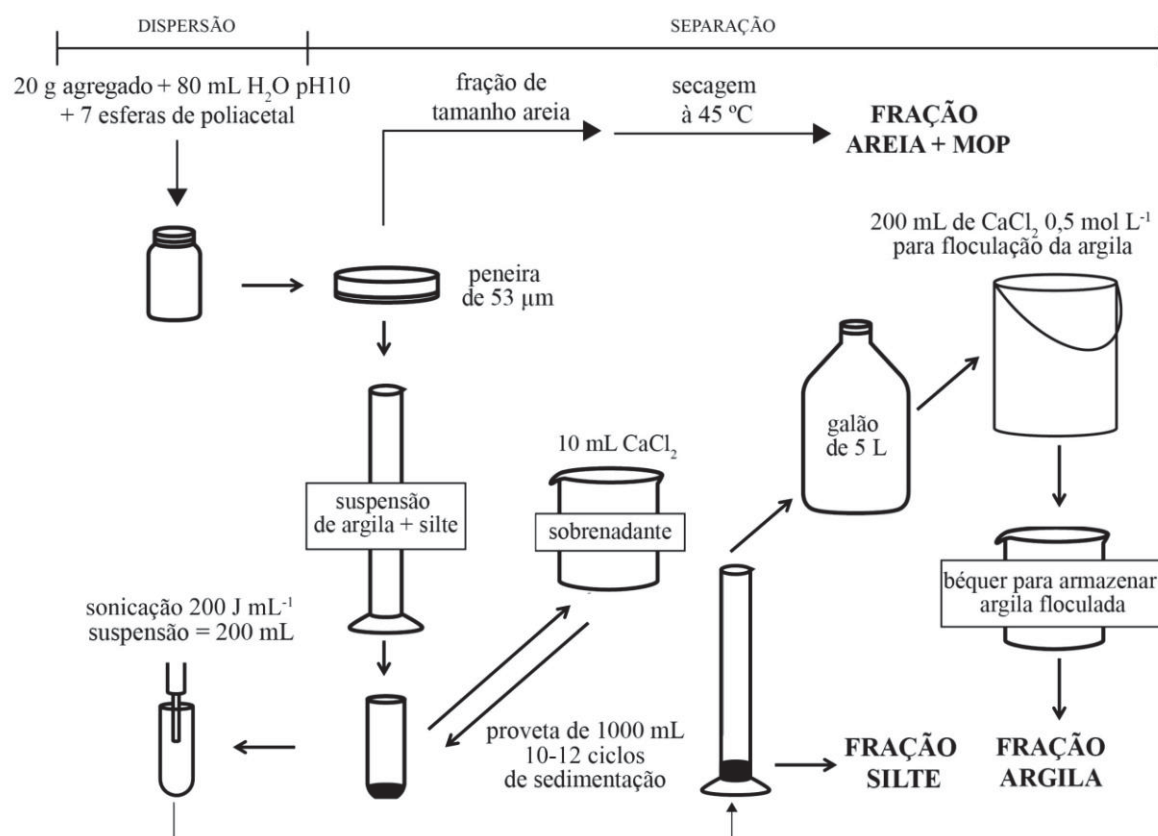
Inicialmente, 20 g de amostra, 80 mL de água a pH 10 (1 g de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  em 10 litros de água deionizada) e 7 esferas de poliacetal ( $\varnothing$  1,1 cm) seguiram para agitação em frascos de 100 mL por um período de 16 horas. A suspensão foi passada em peneira de malha de 53  $\mu\text{m}$  para recuperar a fração areia mais matéria orgânica particulada (areia-MOP), e o material retido na peneira foi lavado com um jato brando de água e posteriormente secos em estufa a 45 °C por 72 horas. A suspensão com agregados e partículas menores que 53  $\mu\text{m}$  foi centrifugada, e o material sólido depositado no tubo de centrífuga seguiu para sonicação a 200 J  $\text{mL}^{-1}$  por 17 min (adaptado de Ramalho, 2016, sonicação a 900 J  $\text{mL}^{-1}$ ). Em seguida, a suspensão foi transferida para uma proveta de 1000 mL e submetida a 10-12 ciclos de sedimentação gravitacional de acordo com a Lei de Stokes (CHRISTENSEN, 1992), para a separação das partículas de tamanho silte e argila. A suspensão com a fração argila foi sifonada a cada ciclo de sedimentação, e ao final todo o conteúdo sifonado foi submetido à floculação com 200 mL de  $\text{CaCl}_2$  0,5 mol  $\text{L}^{-1}$ . Depois de 12 horas em repouso, o sobrenadante foi descartado e a fração argila sedimentada foi liofilizada por um período de 3-4 dias.

A fração sedimentada no fundo da proveta, após o último ciclo de sedimentação, correspondente a fração silte também seguiu para liofilização ao longo de 3-4 dias. Ao final do fracionamento físico granulométrico foram obtidas três frações físicas: areia-MOP (>53  $\mu\text{m}$ ), silte (53-2  $\mu\text{m}$ ) e argila (<2  $\mu\text{m}$ ), que foram moídas em gral de ágata e passadas em malha de 200  $\mu\text{m}$  para determinação do teor de carbono orgânico total (COT) e nitrogênio total (NT) por combustão seca em analisador elementar Vario EL III (Elementar Analysensysteme GmbH, Germany).

Amostras da fração argila seguiram para extração de teores totais dos elementos Fe, Al e Si pelo método EPA 3051A (USEPA, 1998). Cerca de 0,5 g (triplicata) de amostra foi digerido em microondas (Mars Xpress 6, CEM), com 9 mL de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) concentrado e 3 mL de ácido clorídrico ( $\text{HCL}$ ) concentrado a

uma potência de 1200 a 1800 W por 5 minutos e 30 segundos até atingir a temperatura de 175°C, a qual foi mantida por um período adicional de 4 minutos 30 segundos. Após o resfriamento das amostras por 30 minutos, a solução digerida foi filtrada e coletada em frascos plásticos estéreis de 50 mL. Os teores de Fe, Al e Si foram determinados por espectroscopia de emissão atômica com plasma indutivamente acoplado (ICP-OES). Embora o método 3051 seja reconhecido pela extração pseudo-total de elementos pela ausência de ácido fluorídrico (MELO et al., 2016), para os óxidos de Fe esse método promove a total solubilização de hematita e goethita (MELO et al., 2016; GUEDES, 2019). Dessa maneira, os teores de Fe, Al, e Si mencionados no presente estudo serão considerados teores totais.

FIGURA 1 - ESQUEMA DE FRACIONAMENTO FÍSICO GRANULOMÉTRICO DE AMOSTRAS DE MICROAAGREGADOS E MACROAAGREGADOS DE SOLO.



FONTE: Adaptado de Ramalho (2016).

### 3.4.4 EXTRAÇÃO SEQUENCIAL E SELETIVA DE MINERAIS E MATÉRIA ORGÂNICA

O primeiro extrator utilizado na fração argila de microagregados e macroagregados foi a hidroxilamina (HH), capaz de dissolver carbono livre e óxidos de Fe de baixa cristalinidade ou com ordenamento estrutural reduzido (COWARD et al., 2017; HECKMAN et al., 2018). A HH foi uma opção ao uso do oxalato de amônio, método comum para extração de óxidos de Fe e Al amorfos (SCHWERTMANN, 1973), para evitar a contaminação das amostras com carbono do extrator. Em seguida, as fases cristalinas de Fe e Al foram extraídas com ditionito de sódio (DT) modificado segundo metodologia de Wagai e Mayer (2007), e os óxidos de Fe e Al de baixa cristalinidade ligados a matéria orgânica extraídos com pirofosfato de sódio (PYR) (DAHLGREEN, 1994). Por fim, uma última extração com hidróxido de sódio (NaOH) (JACKSON et al., 1986, modificado por MELO et al., 2002a, 2002b) para extração de aluminossilicatos amorfos, gibbsita e caulinita de baixa cristalinidade. Todas as extrações foram feitas em triplicatas.

#### 3.4.2.1 Hidroxilamina 0,2 mol L<sup>-1</sup>

Primeiramente, 1,5 g da fração argila de microagregados e posteriormente, macroagregados foram pesados em tubos de centrifuga previamente tarados na presença de 60 mL de hidroxilamina 0,2 mol L<sup>-1</sup> (relação 1:40) e agitado por um período de 16 horas em agitador orbital. Após a agitação, as amostras foram centrifugadas por 10 minutos a 3000 rpm, e o extrato recolhido para análise. Em seguida, foi realizada uma lavagem da amostra com 30 mL de água deionizada, descartando-se o sobrenadante após centrifugação a 3000 rpm por 10 min. O resíduo foi levado para estufa para secagem a 40 °C por 46 horas. Depois desse período foi realizado o controle de massa final, e a partir da menor massa foi padronizado 1,22 g para início da próxima extração. Esse procedimento de padronização da menor massa foi executado ao final de cada extração sequencial.

#### 3.4.4.1 Ditionito de sódio 0,5 mol L<sup>-1</sup>

Para a próxima extração, 37 mL de ditionito de sódio 0,5 mol L<sup>-1</sup> foram adicionados a 1,22 g do resíduo seco a 40° C por 24 horas (relação 1:30) anteriormente tratado com HH. Foi realizada a mesma sequência de passos para controle de massa inicial e final, agitação por 10 minutos a 3000 rpm, centrifugação, recolhimento do extrato para análise e secagem em estufa. Depois de centrifugado, o resíduo foi lavado com 12,2 mL de HCl 0,05 mol L<sup>-1</sup> (relação 1:10), e o sobrenadante da lavagem também foi recolhido para análise. A lavagem com HCl foi uma alternativa ao uso de citrato de sódio, proposta por Wagai e Mayer (2007), a fim de realizar uma extração livre de C e capaz de redissolver o Fe precipitado e o C orgânico dissolvido pelo ditionito.

#### 3.4.4.2 Pirofosfato de sódio 0,1 mol L<sup>-1</sup>

A partir da menor massa final da extração com ditionito de sódio (1,13 g), foi iniciada a terceira extração. Para dissolução dos óxidos de Fe e Al de baixa cristalinidade ligados à matéria orgânica, 1,13 g do resíduo da etapa anterior receberam 43 mL de pirofosfato de sódio 0,1 mol L<sup>-1</sup> (relação 1:40). Após agitação por 16 horas, as amostras foram centrifugadas por 10 minutos a 3000 rpm, e o extrato recolhido para análise. Na etapa de lavagem do resíduo, após teste prévio foi observado dispersão da amostra com centrifugação a 3000 rpm. Por esse motivo, a suspensão foi transferida para tubos de centrífuga de 8 mL, e realizado 10 lavagens com água deionizada em ultracentrífuga a 17.000 rpm por 20 minutos, para total lavagem de remanescentes desse extrator antes de iniciar a próxima extração.

#### 3.4.4.3 Hidróxido de sódio 0,2 mol L<sup>-1</sup>

Em torno de 0,4 g da fração argila da extração anterior foi tratada com 20 mL de NaOH 0,2 mol L<sup>-1</sup> (relação 1:50). Primeiramente, a massa de 0,4 g foi umedecida com 2 mL de NaOH 0,2 mol L<sup>-1</sup> em béquer de teflon, enquanto outro béquer de teflon, contendo 18 mL da mesma solução foi colocado em banho de areia a 200 °C até atingir o ponto de fervura. A solução de NaOH fervente foi transferida para o béquer contendo a amostra, com tempo de contato de 2,5 minutos sob leve agitação

manual. Após esse tempo, o béquer foi rapidamente resfriado, a suspensão centrifugada a 3000 rpm por 10 min e o extrato recolhido para análise.

#### 3.4.5 ANÁLISES PÓS-EXTRAÇÃO

Os sobrenadantes de cada extração, realizados em triplicata, foram acidificados com ácido nítrico a 3%. Os teores de Fe, Al e Si foram determinados por espectroscopia de emissão atômica em plasma indutivamente acoplado (ICP-OES). Os resultados obtidos para esses elementos foram convertidos para porcentagem de óxidos. O grau de cristalinidade dos óxidos de Fe solubilizados foi obtido pela razão Fe hidroxilamina:Fe ditionito, onde maiores valores para essa relação indicam maiores concentrações de fases de Fe de baixa cristalinidade na amostra (COWARD et al., 2017).

Após o uso de cada extrator, uma alíquota de aproximadamente 50 mg de amostra seca em estufa, moída em gral de ágata, passada em peneira de 200 µm foi analisada por combustão seca em analisador elementar Vario EL III, para a determinação dos teores de COT e NT. O teor de C extraído por cada extrator foi calculado pela diferença de massa de amostra e teor de C antes e após a extração. Ou seja, para o C extraído por HH, a diferença foi entre o C da fração argila natural e o C após a extração com HH, e assim sucessivamente até o último extrator (NaOH), sendo considerado para os cálculos os controles de massa (g) remanescente após cada extração. Após a última extração, o teor de COT remanescente na amostra após foi considerado como carbono residual. A partir desses resultados, foi obtido o índice de extrabilidade do C, ou a distribuição do COT em cada extrator.

#### 3.4.6 IDENTIFICAÇÃO DOS MINERAIS DA FRAÇÃO ARGILA POR DIFRATOMETRIA DIFERENCIAL DE RAIOS X (DRX) E ANÁLISE TERMOGRAVIMETRIA (ATG) E TERMODIFERENCIAL (ATD)

Para identificar os minerais presentes na argila natural e nos resíduos após a extração sequencial, cerca de 0,5 g de amostra seca em estufa a 40 °C por 12 horas foi moída em gral de ágata e montadas em amostrador spinner numa amplitude de 4 a 60 °2θ, a uma corrente de 40 mA e tensão de 40 kV, detector X'celerator Scientific, DRX X'pert3 Powder da marca PAN Analytical, e uso dos softwares XRD Data

Collection Software e High Score Plus (PAN Analytical). Por ser uma técnica não destrutiva, as amostras depois da análise por DRX foram recuperadas para serem tratadas pela próxima etapa da extração sequencial.

A substituição isomórfica (SI) de  $\text{Fe}^{3+}$  por  $\text{Al}^{3+}$  na hematita foi estimada a partir da fórmula de Schwertmann et al. (1979). Devido a não detecção de picos de Gt (111) nas amostras, a relação entre goethita (Gt) e hematita (Hm) foi estimada pela equação de Torrent e Cabedo (1986) modificada por Melo et al. (2020), e também não foi possível determinar a SI na Gt. O diâmetro médio do cristal (DMC) foi calculado a partir da largura meia altura (LMH) das reflexões da hematita (104), hematita (110) e da goethita (110) de acordo com a equação de Scherrer (KLUG E ALEXANDER, 1954; MELO et al., 2001).

A fim de identificar os minerais, com base na sua cristalinidade e tamanho, que podem estar associados à matéria orgânica do solo, dados de COT extraído da fração argila de microagregados e macroagregados (Tabela 2a e 2b) foram correlacionados com parâmetros cristalográficos de diâmetro médio do cristal (DMC), distância basal (d), *micro strain* (parâmetro de cristalinidade, distância entre os cristais) da caulinita (001, 002, 020, 201, 202, 301) hematita (104 e 110) e goethita (110), relação Gt(110)/Hm(104) e Si Hm(110) dos minerais da fração argila (Tabela 4). As variáveis cristalográficas foram obtidas a partir da relação de subtração entre os dados de pré e pós-extração: para caracterização da caulinita (Ct) foram obtidas relações entre NaOH – PYR, NaOH – argila natural, e para hematita (Hm) e goethita (Gt) HH – argila natural e DT – HH.

Para a análise de ATG/ATD, cerca de 10 a 20 mg de fração argila de microagregados tratadas com PYR e NaOH foram aquecidos em cadinho de platina a uma temperatura de 950° C, a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min e fluxo de gás de 50 mL/min em aparelho SHIMADZU DTG-60. A partir da interpretação dos picos (ATD), os teores de Ct e Gb foram determinados pela perda de massa em função do aquecimento da amostra (ATG).

#### 3.4.7 STXM/NEXAFS

Para caracterizar a composição e a distribuição de grupos funcionais da matéria orgânica, amostras da fração argila de microagregados dos sítios de Maguari e Teotônio, moídas e passadas em malha de 200  $\mu\text{m}$ , foram analisadas por

STXM-NEXAFS em fonte de luz síncrotron “beamtime 5.3.2 Advanced Light Source (ALS)”. Sub-amostras foram preparadas sem reagentes à base de carbono, deixadas com espessura menor que 200 nm, e depositadas em janelas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . Pilhas de imagens STXM foram adquiridas na borda C K (280-320 eV) e os espectros de carbono NEXAFS extraídos de cada pilha. Foram realizadas médias dos espectros obtidos nas várias regiões, e os espectros para cada partícula foram normalizados com base na energia/posição máxima (eV) encontrada em cada amostra. Os dados foram processados com auxílio dos softwares MANTiS para extração dos espectros e Athena para “fitting” dos espectros para a faixa de energia entre 282 e 300 eV.

#### 3.4.8 ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Foram realizados testes de normalidade (Shapiro-Wilk) e variância de homogeneidade (teste de Bartlett), sem necessidade de transformação dos dados. Devido o experimento não possuir delineamento experimental regular, os dados foram analisados por método não paramétrico através do teste t-Student, e interpretados pelo valor  $p$  e o erro padrão da amostra.

### 3.5 RESULTADOS

#### 3.5.1 CARBONO ORGÂNICO

De maneira geral, foi observado um padrão entre os extratores químicos, onde as maiores extrações de COT foram extraídas pelo PYR, seguida pelo DT, HH e NaOH (Tabelas 2a e 2b). Independente do solo, sítio ou classe de agregado, o PYR extraiu em média 58% do COT presente na fração argila, contra 4,4% pela HH, 10,6% pelo DT e 2,5% pelo NaOH (Tabelas 2a e 2b). Ao comparar TPI e solo referência, os extratores apresentaram diferentes solubilidades de COT (Tabela 2a e 2b). A HH extraiu quantidades de COT semelhantes estatisticamente na TPI e no solo referência, com médias de  $2,2 \text{ g C kg}^{-1}$  e  $4,1 \text{ g C kg}^{-1}$ , respectivamente (Tabela 2a). Especificamente nos sítios de Lago Grande e Caldeirão, a HH extraiu concentrações significativamente maiores de COT nos microagregados do solo referência (média de  $6,8 \text{ g C kg}^{-1}$ ) em comparação a TPI (média de  $0,3 \text{ g C kg}^{-1}$ ;  $p$ -



valor 0,001); resultado também observado para a maior classe de agregados (Tabela 2b). O DT extraiu em média concentrações de  $3,2 \text{ g C kg}^{-1}$  nos microagregados de TPI e  $4,2 \text{ g C kg}^{-1}$  no solo referência (Tabela 2a). Da mesma maneira que para a HH, houve um comportamento do DT extrair menores concentrações de COT também na TPI, e maiores nos solos referências. A extração de COT via PYR teve comportamento oposto aos extratores anteriores, onde as maiores concentrações foram extraídas da TPI em relação ao solo referência, em ambas as classes de agregados ( $>$  e  $< 0,5 \text{ mm}$ ) (Tabela 2a e 2b, respectivamente). Em média, o PYR extraiu aproximadamente 65% do COT presente na fração argila de microagregados de TPI (média de  $36,9 \text{ g C kg}^{-1}$ ) e 50% do solo referência (média de  $22,3 \text{ g C kg}^{-1}$ ; Tabela 2a). Já o NaOH não evidenciou um padrão de extração, com valores superiores e inferiores estatisticamente na comparação entre TPI e solos referências, com uma média de extração nos microagregados de  $2,2 \text{ g C kg}^{-1}$  em ambos os tipos de solo (Tabela 2a). Resultado inesperado foi observado para o COT residual, sendo 23% do COT da fração argila de microagregados de TPI e 24% do solo referência distribuídos nessa fração remanescente. As concentrações de COT residuais foram maiores na TPI, em média 29% superiores em relação ao solo referência (médias de  $12,3 \text{ g C kg}^{-1}$  vs  $9,5 \text{ g C kg}^{-1}$ , respectivamente; Tabela 2a); mesmo comportamento observado na classe de macroagregados (Tabela 2b).

Na comparação entre os sítios, tanto na TPI quanto no solo referência, Teotônio (Porto Velho-RO) teve majoritariamente as maiores concentrações de COT extraídas em todas as etapas de dissolução sequencial (Tabela 2a e 2b). Em Lago Grande, Caldeirão, Maguari, Teotônio e Santa Paula, independente do solo e da classe de agregado, o extrator mais eficiente de matéria orgânica foi o PYR, e o menos eficiente variou entre a HH e o NaOH (Tabela 2a e 2b). As concentrações de COT extraídas, independente dos solos e sítios, foram similares entre as duas classes de agregados, maiores e menores que  $0,5 \text{ mm}$  (Tabelas 2a e 2b).



TABELA 2a - CARBONO ORGÂNICO TOTAL E EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L<sup>-1</sup>, DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L<sup>-1</sup>, PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L<sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM **MICROAGREGADOS (< 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DEÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	Lago Grande				Caldeirão				Maguari				Teotônio				Santa Paula			
	TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p	
<i>COT na argila (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																				
38,6 ±0,5    33,4 ±0,6    0,01					47,1 ±2,7    41,0 ±3,9    0,13				42,7 ±2,4    27,6 ±1,1    0,01				102,7 ±5,0    80,4 ±16,8    0,16				53,8 ±7,1    28,2 ±1,2    0,04			
<i>COT em frações químicas (g C kg<sup>-1</sup> argila)</i>																				
HH	1,0 ±0,3	4,6 ±1,1	0,001		2,1 ±0,8	8,9 ±3,4	0,08		1,4 ±0,5	1,3 ±0,3	0,29		7,3 ±1,1	7,3 ±2,9	0,24		0,9 ±0,4	1,0 ±0,4	0,47	
DT	2,1 ±0,3	4,2 ±0,1	0,08		3,9 ±1,1	5,6 ±0,5	0,13		3,7 ±0,1	2,9 ±0,1	0,001		5,7 ±1,8	6,4 ±2,3	0,42		6,6 ±2,3	2,6 ±0,3	0,12	
PYR	28,2 ±2,5	15,7 ±1,2	0,01		29,8 ±1,3	15,5 ±0,8	0,00		24,3 ±2,8	13,0 ±2,3	0,02		68,2 ±2,0	53,0 ±2,7	0,18		34,2 ±6,5	14,5 ±1,1	0,05	
NaOH	1,4 ±0,5	1,4 ±0,6	0,14		1,9 ±0,6	2,4 ±0,8	0,38		3,2 ±0,4	1,6 ±0,6	0,05		2,8 ±1,2	3,3 ±1,1	0,39		3,3 ±0,5	2,9 ±0,3	0,29	
Residual	5,9 ±0,6	7,5 ±0,5	0,03		9,4 ±0,4	8,6 ±0,3	0,01		10,1 ±0,5	8,8 ±1,2	0,11		18,7 ±0,9	10,4 ±1,9	0,06		8,8 ±0,4	7,2 ±0,6	0,01	
<i>Distribuição do COT (%)</i>																				
HH	2,6 ±0,8	13,8 ±1,1	0,001		4,5 ±1,6	21,7 ±7,0	0,07		3,3 ±1,4	4,7 ±1,0	0,12		7,1 ±0,9	9,1 ±3,2	0,32		1,7 ±0,8	3,5 ±1,4	0,28	
DT	5,4 ±2,4	12,6 ±6,2	0,05		8,3 ±2,0	13,7 ±1,8	0,05		8,7 ±0,5	10,5 ±0,3	0,02		5,6 ±1,7	8,0 ±5,7	0,06		12,3 ±6,2	9,2 ±1,0	0,29	
PYR	73,1 ±7,4	47,0 ±2,8	0,02		63,3 ±0,8	37,8 ±6,1	0,03		56,9 ±3,5	47,1 ±6,3	0,14		66,4 ±1,2	65,9 ±2,6	0,31		63,6 ±3,9	51,4 ±1,9	0,04	
NaOH	3,6 ±1,2	4,2 ±1,8	0,13		4,0 ±1,3	5,9 ±1,8	0,34		7,5 ±0,9	5,8 ±2,2	0,27		2,7 ±1,2	4,1 ±1,0	0,20		6,1 ±1,3	10,3 ±1,2	0,04	
Residual	15,3 ±1,5	22,4 ±1,9	0,21		19,9 ±1,7	20,9 ±1,5	0,45		23,6 ±1,8	31,9 ±5,3	0,17		18,2 ±0,1	12,9 ±2,4	0,47		16,3 ±1,8	25,6 ±2,7	0,07	
<i>Relação C:N</i>																				
Residual	8,9 ±0,1	9,0 ±0,2	0,49		8,3 ±0,2	8,9 ±0,1	0,20		8,5 ±0,4	8,9 ±0,1	0,16		9,8 ±0,2	12,1 ±0,3	0,06		8,6 ±0,3	11,0 ±0,3	0,03	

<sup>a</sup> HH = hidroxilamina; DT = ditionito de sódio; PYR = pirofosfato de sódio; NaOH = hidróxido de sódio; NR = não recuperado.  
Fonte: A autora (2020).

TABELA 2b - CARBONO ORGÂNICO TOTAL E EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L<sup>-1</sup>, DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L<sup>-1</sup>, PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L<sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM **MACROAGREGADOS (> 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	Lago Grande				Caldeirão				Maguari				Teotônio				Santa Paula			
	TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p	
<i>COT na argila (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																				
	35,3 ±0,0	29,8 ±0,4	0,01		41 ±4,1	34,2 ±1,1	0,13		40,1 ±2,3	28,3 ±3,5	0,03		91,4 ±9,0	83,3 ±1,3	0,23		51,6 ±3,3	30,6 ±2,7	0,001	
<i>COT em frações químicas (g C kg<sup>-1</sup> argila)</i>																				
HH	0,4 ±0,3	1,3 ±0,2	0,05		0,0 ±0,0	0,5 ±0,3	0,12		1,7 ±0,6	2,4 ±0,8	0,32		12,2 ±4,1	1,7 ±0,7	0,28		1,5 ±0,5	0,8 ±0,3	0,50	
DT	3,1 ±1,1	3,7 ±0,1	0,32		3,1 ±1,3	5,6 ±1,1	0,11		5,0 ±1,5	3,4 ±1,6	0,25		6,5 ±3,3	10,0 ±0,8	0,21		5,9 ±0,3	4,3 ±1,3	0,19	
PYR	24,0 ±1,8	12,7 ±0,7	0,01		26,2 ±3,7	14,9 ±0,4	0,05		21,0 ±2,6	12,1 ±1,1	0,03		64,8 ±6,5	58,0 ±3,5	0,21		32,5 ±2,1	15,4 ±2,5	0,003	
NaOH	1,1 ±0,1	0,7 ±0,2	0,03		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	0,8 ±0,3	0,21		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	0,2 ±0,1	0,18	
Residual	6,7 ±0,5	11,4 ±0,6	0,01		11,7 ±1,1	13,2 ±0,3	0,42		12,4 ±0,3	9,6 ±1,7	0,29		7,9 ±3,0	13,6 ±1,0	0,09		11,7 ±1,2	9,9 ±0,1	0,02	
<i>Distribuição do COT (%)</i>																				
HH	1,1 ±0,9	4,4 ±0,7	0,02		0,0 ±0,0	1,5 ±0,9	0,12		4,2 ±1,7	8,5 ±2,7	0,26		13,3 ±4,0	2,0 ±0,9	0,30		2,9 ±1,0	2,6 ±1,0	0,30	
DT	8,8 ±3,2	12,4 ±0,3	0,004		7,6 ±3,9	16,4 ±3,7	0,09		12,5 ±3,8	12,0 ±5,9	0,49		7,1 ±4,0	12,0 ±1,2	0,21		11,4 ±0,9	14,1 ±2,9	0,27	
PYR	68,0 ±5,0	42,6 ±1,6	0,02		63,9 ±5,1	43,6 ±0,3	0,001		52,4 ±4,2	42,8 ±2,1	0,08		70,9 ±1,2	69,6 ±3,3	0,36		63,0 ±1,5	50,3 ±3,5	0,02	
NaOH	3,1 ±0,3	2,3 ±0,8	0,04		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	2,8 ±1,2	0,21		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	0,7 ±0,3	0,17	
Residual	19,0 ±1,4	38,3 ±2,7	0,01		28,5 ±2,8	38,6 ±1,4	0,07		30,9 ±1,6	33,9 ±1,4	0,004		8,6 ±0,8	16,3 ±1,0	0,01		22,7 ±1,8	32,4 ±3,0	0,11	
<i>Relação C:N</i>																				
Residual	8,1 ±0,2	9,0 ±0,2	0,09		8,3 ±0,3	10,5 ±0,2	0,03		9,1 ±0,5	9,6 ±0,3	0,10		9,5 ±0,3	12,4 ±0,4	0,05		10,1 ±0,8	10,8 ±0,2	0,03	

<sup>a</sup> HH = hidroxilamina; DT = ditionito de sódio; PYR = pirofosfato de sódio; NaOH = hidróxido de sódio; NR = não recuperado.

Fonte: A autora (2020).

### 3.5.2 EXTRAÇÃO DE FERRO

De mesma maneira que o COT, também foi observado um padrão entre os extratores químicos, onde as maiores extrações de Fe foram pelo DT, seguida pelo PYR, HH e NaOH (Tabelas 3a e 3b). Independente do solo, sítio ou classe de agregado, o DT extraiu em média 25,2% do Fe presente na fração argila, contra 1,7% pelo PYR, 0,4% pela HH e 0,0% pelo NaOH (Tabelas 3a e 3b).

As concentrações de Fe extraídos variaram em relação à TPI e o solo referência (Tabela 3a e 3b). Embora muito baixas, as concentrações de Fe extraídas da fração argila de microagregados por HH foram maiores no solo referência em comparação a TPI (média de 0,1 vs 0,3 g Fe kg<sup>-1</sup>) (Tabela 3a); tendência também observada em agregados maiores (Tabela 3b). Em média menos de 0,2 % do Fe total contidos na fração argila de TPI foi extraído com esse extrator. No caso do DT, a situação foi oposta, onde as concentrações de Fe foram iguais ou maiores estatisticamente no solo de TPI em relação ao solo referência. O DT extraiu em média 25% do Fe total dos microagregados de TPI (concentração média de 12,9 g Fe kg<sup>-1</sup>) e 23% do Fe total do solo referência na mesma classe de agregado (12,8 g Fe kg<sup>-1</sup>) (Tabela 3a); para os macroagregados essa distribuição do Fe extraído por DT ficou em torno de 27% na TPI e 23% no solo referência (Tabela 3b). Assim como o DT, o PYR teve o mesmo comportamento, embora baixas, as concentrações de Fe também foram significativamente iguais entre a TPI e o solo referência na maioria dos sítios, com exceção de Santa Paula onde as concentrações foram significativamente maiores na TPI (0,7 g kg<sup>-1</sup>; p-valor 0,002; Tabela 3a). Para os macroagregados não houve diferenças estatísticas entre as concentrações de Fe extraídos por PYR de TPI e solo referência (Tabela 3b). Para ambos os solos e classes de agregados, a extração de Fe por NaOH foi nula (Tabela 3a e 3b). Cerca de 75% do Fe presente na fração argila de microagregados de ambos os solos não foram dissolvidos ao final da extração sequencial, com um média entre os sítios de 39,4 g Fe kg<sup>-1</sup> residuais na TPI e 43,7 g Fe kg<sup>-1</sup> nos solos referências (Tabela 3a); quantidades altas de Fe residual, média de 73%, também foram observadas para a classe de macroagregados (Tabela 3b).

Em todas as etapas de dissolução sequencial, o sítio de Teotônio teve as maiores concentrações de Fe extraídas em relação aos demais sítios (Tabela 3a e 3b).

TABELA 3a - FERRO TOTAL E EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L<sup>-1</sup>, DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L<sup>-1</sup>, PÍROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L<sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM **MICROAGREGADOS (< 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DEÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

Lago Grande				Caldeirão				Maguari				Teotônio				Santa Paula			
	TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p
<i>Fe na argila (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
	65,7 ±1,4	81,5 ±3,7	0,01	61,6 ±0,3	57,5 ±1,1	0,04		30,9 ±1,3	32,7 ±1,4	0,19		65,9 ±0,1	69,5 ±5,9	0,30		42,2 ±1,6	45,5 ±0,4	0,09	
<i>Fe em frações químicas (g Fe kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,1 ±0,0	0,1 ±0,0	0,10	0,1 ±0,0	0,1 ±0,0	0,38		0,1 ±0,0	0,2 ±0,0	0,03		0,1 ±0,0	0,3 ±0,0	0,01		0,2 ±0,0	0,4 ±0,0	0,00	
DT	14,0 ±0,5	16,8 ±0,1	0,01	14,3 ±0,4	14,4 ±0,3	0,47		8,4 ±0,2	7,4 ±0,2	0,02		16,9 ±0,2	15,0 ±0,9	0,10		10,9 ±0,4	10,5 ±0,1	0,24	
PYR	0,7 ±0,1	0,6 ±0,0	0,13	0,6 ±0,0	0,5 ±0,0	0,01		0,4 ±0,1	0,2 ±0,0	0,03		1,8 ±0,2	1,5 ±0,3	0,29		0,7 ±0,0	0,4 ±0,0	0,00	
NaOH	0,0 ±0,0	0,0 ±0,0		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,1 ±0,0	0,0 ±0,0	0,09		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0		
Residual	50,9 ±1,9	64,0 ±3,6	0,02	46,6 ±0,7	42,5 ±0,9	0,01		22,0 ±1,2	24,9 ±1,6	0,10		47,0 ±0,4	52,7 ±4,8	0,18		30,4 ±1,8	34,2 ±0,3	0,09	
<i>Distribuição do Fe (%)</i>																			
HH	0,2 ±0,0	0,1 ±0,0	0,26	0,2 ±0,0	0,2 ±0,0	0,36		0,3 ±0,0	0,6 ±0,0	0,03		0,2 ±0,0	0,4 ±0,0	0,03		0,5 ±0,0	0,9 ±0,0	0,01	
DT	21,3 ±1,1	20,6 ±0,8	0,49	23,2 ±0,8	25,0 ±0,4	0,07		27,2 ±1,4	22,6 ±1,7	0,05		25,6 ±0,4	21,6 ±2,2	0,01		25,8 ±1,6	23,1 ±0,1	0,12	
PYR	1,1 ±0,2	0,7 ±0,0	0,07	1,0 ±0,0	0,9 ±0,0	0,07		1,3 ±0,2	0,6 ±0,1	0,02		2,7 ±0,3	2,2 ±0,3	0,14		1,7 ±0,1	0,9 ±0,1	0,00	
NaOH	0,0 ±0,0	0,0 ±0,0		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	0,09		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0		
Residual	77,4 ±1,3	78,6 ±0,8	0,26	75,6 ±0,8	73,9 ±0,5	0,08		71,2 ±1,2	76,2 ±1,7	0,03		71,5 ±0,6	75,8 ±0,6	0,00		72,0 ±1,7	75,1 ±0,2	0,11	
<i>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,1 ±0,0	0,2 ±0,0	0,10	0,1 ±0,0	0,2 ±0,0	0,38		0,1 ±0,0	0,2 ±0,0	0,03		0,1 ±0,0	0,4 ±0,0	0,01		0,3 ±0,0	0,6 ±0,0	0,00	
DT	20,0 ±0,7	24,0 ±0,1	0,01	20,5 ±0,6	20,5 ±0,5	0,47		12,0 ±0,4	10,6 ±0,4	0,02		24,1 ±0,3	21,5 ±1,3	0,10		15,5 ±0,5	15,0 ±0,2	0,24	
PYR	1,0 ±0,2	0,8 ±0,0	0,13	0,9 ±0,0	0,8 ±0,0	0,01		0,6 ±0,1	0,3 ±0,0	0,03		2,5 ±0,3	2,2 ±0,4	0,29		0,9 ±0,0	0,5 ±0,1	0,00	
NaOH	0,0 ±0,0	0,0 ±0,0		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	0,0 ±0,0			0,0 ±0,0	0,0 ±0,0		
<i>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>HH/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>DT</i>																			
	0,01 ±0,0	0,01 ±0,0	0,26	0,01 ±0,0	0,01 ±0,0	0,39		0,01 ±0,0	0,02 ±0,0	0,03		0,00 ±0,0	0,02 ±0,0	0,02		0,02 ±0,0	0,04 ±0,0	0,00	

Fonte: A autora (2020).

TABELA 3b - FERRO TOTAL E EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L<sup>-1</sup>, DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L<sup>-1</sup>, PÍROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L<sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM **MACROAGREGADOS (> 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	Lago Grande				Caldeirão				Maguari				Teotônio				Santa Paula			
	TPI	Ref	p		Ref	Ref	p		Ref	Ref	p		Ref	Ref	p		Ref	Ref	p	
<i>Fe na argila (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																				
	64,2 ±3,6	84,7 ±1,4	0,01		65,1 ±0,9	62,5 ±3,2	0,26		32,1 ±1,8	32,8 ±1,3	0,29		72,1 ±3,5	84,2 ±3,3	0,03		45,2 ±1,3	45,1 ±2,0	0,05	
<i>Fe em frações químicas (g Fe kg<sup>-1</sup> argila)</i>																				
HH	0,1 ±0,0	0,2 ±0,0	0,00		0,1 ±0,0	0,3 ±0,0	0,00		0,1 ±0,0	0,1 ±0,0	0,29		0,2 ±0,1	0,3 ±0,1	0,26		0,2 ±0,0	0,5 ±0,0	0,00	
DT	16,7 ±0,6	20,0 ±0,4	0,01		16,3 ±0,5	17,6 ±0,3	0,05		9,2 ±0,1	8,2 ±0,2	0,01		21,2 ±0,7	24,7 ±0,01	0,01		12,3 ±0,6	12,2 ±0,3	0,39	
PYR	1,6 ±0,2	1,2 ±0,1	0,12		1,1 ±0,1	0,8 ±0,1	0,02		0,6 ±0,0	0,3 ±0,0	0,01		2,6 ±0,1	2,6 ±0,1	0,33		1,1 ±0,1	0,7 ±0,1	0,01	
NaOH	0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-	
Residual	45,8 ±4,4	63,6 ±1,7	0,02		47,6 ±1,4	43,7 ±3,3	0,17		24,2 ±1,7	24,2 ±1,2	0,49		48,2 ±3,4	56,6 ±2,9	0,07		31,6 ±0,7	31,7 ±2,3	0,48	
<i>Distribuição do Fe (%)</i>																				
HH	0,2 ±0,0	0,2 ±0,0	0,00		0,2 ±0,0	0,5 ±0,0	0,00		0,3 ±0,1	0,3 ±0,1	0,21		0,3 ±0,1	0,4 ±0,1	0,32		0,4 ±0,1	1,1 ±0,1	0,01	
DT	26,0 ±2,6	23,6 ±0,9	9,21		25,0 ±1,1	28,2 ±1,8	0,11		28,7 ±1,4	25,0 ±0,2	0,01		29,4 ±1,4	29,3 ±0,8	0,48		27,2 ±0,5	27,1 ±1,9	0,47	
PYR	2,5 ±0,4	1,4 ±0,1	0,07		1,7 ±0,1	1,3 ±0,0	0,05		1,9 ±0,0	0,9 ±0,0	0,00		3,6 ±0,3	3,1 ±0,1	0,15		2,4 ±0,2	1,6 ±0,2	0,03	
NaOH	0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-	
Residual	71,3 ±2,9	74,8 ±0,8	0,18		73,1 ±1,2	70,0 ±1,8	0,10		69,1 ±1,3	73,8 ±1,0	0,07		66,7 ±1,6	67,2 ±0,9	0,40		70,0 ±0,4	70,2 ±2,2	0,44	
<i>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																				
HH	0,1 ±0,0	0,3 ±0,0	0,00		0,1 ±0,0	0,5 ±0,0	0,00		0,2 ±0,0	0,2 ±0,0	0,29		0,2 ±0,1	0,4 ±0,1	0,26		0,3 ±0,1	0,7 ±0,0	0,00	
DT	24,9 ±0,9	28,5 ±0,6	0,01		23,3 ±0,7	25,2 ±0,4	0,05		13,2 ±0,1	11,7 ±0,3	0,01		30,3 ±0,9	35,4 ±0,5	0,01		17,6 ±0,8	17,4 ±0,4	0,39	
PYR	2,2 ±0,3	1,8 ±0,2	0,12		1,5 ±0,1	1,2 ±0,1	0,02		0,9 ±0,1	0,4 ±0,0	0,01		3,7 ±0,1	3,7 ±0,1	0,33		1,6 ±0,1	1,0 ±0,1	0,01	
NaOH	0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-		0,0 ±0,0	0,0 ±0,0	-	
<i>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>HH/Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>DT</i>																				
	0,00 ±0,0	0,01 ±0,0	0,00		0,00 ±0,0	0,02 ±0,0	0,00		0,01 ±0,0	0,02 ±0,0	0,19		0,01 ±0,0	0,02 ±0,0	0,36		0,01 ±0,0	0,04 ±0,0	0,00	

Fonte: A autora (2020).

Em Lago Grande, Caldeirão, Maguari, Teotônio e Santa Paula o DT foi responsável por extrair as maiores quantidades de Fe, independente do tipo de solo e da classe de agregado. A extração pelo DT foi em média 25% do Fe total da fração argila de microagregados de TPI e 23% do solo referência (Tabela 3a). Em relação à comparação entre classes de agregados, a extração de Fe foi muito semelhante entre os extratores, os tipos de solos, e os sítios, mesmas tendências foram observadas em agregados maiores e menores que 0,5 mm (Tabelas 3a e 3b).

### 3.5.3 EXTRAÇÃO DE ALUMÍNIO E SILÍCIO

O NaOH foi o melhor extrator de Al da fração argila, independente dos solos, sítios e classes de agregados, seguido pelo PYR, DT e HH (Tabelas 4a e 4b). Em relação à TPI e ao solo referência, não foi observado um padrão de extração entre esses solos. Na extração por HH, as maiores concentrações de Al extraídas variaram entre a TPI e o solo referência, com concentrações estatisticamente iguais em Maguari (0,04 vs 0,03 g Al kg<sup>-1</sup> respectivamente; p=0,20) e em Santa Paula (0,05 vs 0,04 g Al kg<sup>-1</sup>, respectivamente; p=0,12). Houve tendência de maiores extrações de Al pelo DT em solos referências quando comparado as TPIs, porém, sem diferenças estatísticas entre a maioria dos sítios. Para o PYR, esse comportamento foi oposto, as maiores dissoluções de Al ocorrem no solo de TPI em relação ao solo referência, entretanto, com diferenças estatísticas somente na fração argila de microagregados dos sítios de Maguari (1,10 vs 0,51 g C kg<sup>-1</sup>; p=0,06) e Santa Paula (1,93 vs 0,86 g C kg<sup>-1</sup>; p=0,05). O sítio de Teotônio, em ambos os solos e classes de agregados, apresentou as maiores extrações de Al em comparação a Lago Grande, Caldeirão, Maguari e Santa Paula (Figuras 4a e 4b). De modo geral, as classes de agregados (> e < que 0,5 mm) tiveram comportamentos semelhantes em relação aos solos e sítios, entretanto, a extração preferencial de Al por NaOH não ficou evidente na fração argila de macroagregados dos sítios de Lago Grande e Teotônio (Tabela 4b). Nesses casos, o PYR extraiu da TPI 7% e do solo referência 28% mais Al que o NaOH no sítio de Lago Grande, e 18% e 15%, respectivamente, em Teotônio (Tabela 4b).

TABELA 4a - CONCENTRAÇÕES E ÓXIDOS DE ALUMÍNIO E SILÍCIO EXTRAÍDOS COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L<sup>-1</sup>, DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L<sup>-1</sup>, PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L<sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM **MICROAGREGADOS (< 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

Lago Grade				Caldeirão				Maguari				Teotônio				Santa Paula			
	TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p
<i>Al em frações químicas (g Al kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,02 ±0,0	0,01 ±0,0	0,06	0,01 ±0,0	0,00 ±0,0	0,07	0,07	0,04 ±0,0	0,03 ±0,0	0,20	0,20	0,04 ±0,0	0,06 ±0,0	0,02	0,02	0,05 ±0,0	0,04 ±0,0	0,12	0,12
DT	0,60 ±0,1	1,23 ±0,0	0,08	0,54 ±0,0	1,07 ±0,0	0,01	0,01	0,59 ±0,1	0,71 ±0,0	0,08	0,08	0,58 ±0,1	1,30 ±0,1	0,02	0,02	0,67 ±0,0	0,79 ±0,0	0,11	0,11
PYR	1,62 ±0,2	0,81 ±0,0	0,15	1,07 ±0,1	0,75 ±0,0	0,11	0,11	1,10 ±0,2	0,51 ±0,0	0,06	0,06	3,50 ±0,1	3,30 ±0,3	0,24	0,24	1,93 ±0,0	0,86 ±0,1	0,05	0,05
NaOH	2,21 ±0,1	1,95 ±0,1	0,21	1,96 ±0,1	2,15 ±0,1	0,02	0,02	3,02 ±0,1	2,49 ±0,0	0,01	0,01	5,27 ±0,3	4,98 ±0,8	0,30	0,30	3,01 ±0,2	2,49 ±0,1	0,03	0,03
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,03 ±0,0	0,02 ±0,0	0,03	0,02 ±0,0	0,01 ±0,0	0,05	0,05	0,08 ±0,0	0,06 ±0,0	0,29	0,29	0,07 ±0,0	0,12 ±0,0	0,01	0,01	0,09 ±0,0	0,08 ±0,0	0,21	0,21
DT	1,13 ±0,0	2,32 ±0,0	0,01	1,02 ±0,0	2,03 ±0,0	0,001	0,001	1,12 ±0,1	1,33 ±0,0	0,15	0,15	1,10 ±0,2	2,45 ±0,0	0,01	0,01	1,27 ±0,1	1,49 ±0,1	0,06	0,06
PYR	3,06 ±0,4	1,52 ±0,1	0,04	2,02 ±0,1	1,41 ±0,0	0,01	0,01	2,08 ±0,3	0,96 ±0,0	0,04	0,04	6,62 ±0,2	6,23 ±0,6	0,34	0,34	3,65 ±0,0	1,62 ±0,2	0,01	0,01
NaOH	4,18 ±0,1	3,68 ±0,2	0,08	3,71 ±0,2	4,07 ±0,2	0,19	0,19	5,70 ±0,1	4,71 ±0,1	0,01	0,01	9,96 ±0,6	9,42 ±1,5	0,40	0,40	5,68 ±0,4	4,71 ±0,1	0,07	0,07
<i>Si em frações químicas (g Si kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,12 ±0,0	0,16 ±0,0	0,15	0,13 ±0,0	0,20 ±0,0	0,10	0,10	0,35 ±0,0	0,24 ±0,0	0,04	0,04	1,01 ±0,2	0,70 ±0,1	0,34	0,34	0,50 ±0,0	0,33 ±0,0	0,01	0,01
DT	0,05 ±0,0	0,08 ±0,0	0,05	0,05 ±0,0	0,10 ±0,0	0,04	0,04	0,10 ±0,0	0,07 ±0,0	0,02	0,02	0,24 ±0,0	0,19 ±0,0	0,36	0,36	0,12 ±0,0	0,10 ±0,0	0,03	0,03
PYR	0,26 ±0,2	0,07 ±0,0	0,15	0,11 ±0,1	0,08 ±0,0	0,11	0,11	0,30 ±0,2	0,07 ±0,0	0,06	0,06	0,36 ±0,1	0,57 ±0,3	0,24	0,24	0,38 ±0,0	0,18 ±0,1	0,05	0,05
NaOH	0,97 ±0,1	0,79 ±0,0	0,21	0,94 ±0,0	1,04 ±0,0	0,12	0,12	1,68 ±0,1	1,33 ±0,0	0,01	0,01	1,15 ±0,0	1,19 ±0,0	0,01	0,01	1,41 ±0,1	1,30 ±0,0	0,12	0,12
<i>SiO<sub>2</sub> (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,26 ±0,0	0,34 ±0,0	0,04	0,28 ±0,0	0,43 ±0,0	0,01	0,01	0,75 ±0,0	0,51 ±0,0	0,02	0,02	2,16 ±0,5	1,50 ±0,2	0,12	0,12	1,07 ±0,1	0,71 ±0,0	0,02	0,02
DT	0,11 ±0,0	0,17 ±0,0	0,01	0,11 ±0,0	0,21 ±0,0	0,04	0,04	0,21 ±0,0	0,15 ±0,0	0,04	0,04	0,51 ±0,0	0,41 ±0,1	0,14	0,14	0,26 ±0,0	0,21 ±0,0	0,03	0,03
PYR	0,56 ±0,1	0,15 ±0,0	0,05	0,24 ±0,0	0,17 ±0,0	0,06	0,06	0,64 ±0,2	0,15 ±0,0	0,12	0,12	0,77 ±0,1	1,22 ±0,1	0,02	0,02	0,81 ±0,1	0,39 ±0,1	0,06	0,06
NaOH	2,08 ±0,1	1,69 ±0,1	0,05	2,01 ±0,1	2,23 ±0,1	0,13	0,13	3,60 ±0,1	2,85 ±0,0	0,03	0,03	2,46 ±0,1	2,55 ±0,1	0,04	0,04	3,02 ±0,2	2,78 ±0,1	0,20	0,20

<sup>a</sup> HH = hidroxilamina; DT = ditionito de sódio; PYR = pirofosfato de sódio; NaOH = hidróxido de sódio; NR = não recuperado.  
Fonte: A autora (2020).

TABELA 4b - CONCENTRAÇÕES DE ÓXIDO DE ALUMÍNIO E SILÍCIO EXTRAÍVEIS COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L<sup>-1</sup>, DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L<sup>-1</sup>, PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L<sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM **MACROAGREGADOS (> 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

Lago Grade				Caldeirão				Maguari				Teotônio				Santa Paula			
TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p		TPI	Ref	p	
<i>Al em frações químicas (g Al kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,01 ±0,0	0,02 ±0,0	0,08	0,01 ±0,0	0,03 ±0,0	0,01		0,02 ±0,0	0,03 ±0,0	0,23		0,11 ±0,1	0,24 ±0,1	0,23		0,15 ±0,0	0,18 ±0,0	0,31	
DT	0,48 ±0,0	1,06 ±0,0	0,05	0,46 ±0,0	1,05 ±0,0	0,01		0,44 ±0,0	0,54 ±0,0	0,11		0,49 ±0,0	1,32 ±0,1	0,05		0,48 ±0,0	0,52 ±0,0	0,37	
PYR	3,73 ±0,4	2,27 ±0,2	0,19	2,52 ±0,1	1,74 ±0,1	0,11		2,39 ±0,5	1,14 ±0,0	0,03		6,43 ±0,2	7,06 ±0,2	0,07		3,84 ±0,2	2,39 ±0,2	0,04	
NaOH	3,47 ±0,1	2,91 ±0,1	0,05	2,99 ±0,2	2,70 ±0,0	0,35		3,53 ±0,1	2,84 ±0,2	0,14		5,46 ±0,4	6,14 ±0,7	0,27		3,26 ±0,2	2,75 ±0,1	0,10	
<i>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,01 ±0,0	0,03 ±0,0	0,01	0,01 ±0,0	0,05 ±0,0	0,01		0,04 ±0,0	0,06 ±0,0	0,16		0,2 ±0,0	0,45 ±0,1	0,18		0,29 ±0,0	0,33 ±0,0	0,24	
DT	0,90 ±0,1	2,00 ±0,1	0,001	0,87 ±0,0	1,98 ±0,0	0,001		0,84 ±0,1	1,02 ±0,1	0,09		0,92 ±0,1	2,49 ±0,1	0,001		0,91 ±0,0	0,97 ±0,0	0,18	
PYR	7,05 ±0,8	4,29 ±0,4	0,04	4,77 ±0,2	3,28 ±0,2	0,01		4,51 ±1,0	2,16 ±0,1	0,10		12,16 ±0,3	13,34 ±0,4	0,06		7,26 ±0,4	4,52 ±0,3	0,01	
NaOH	6,56 ±0,1	5,50 ±0,1	0,02	5,64 ±0,1	5,10 ±0,1	0,18		6,67 ±0,1	5,37 ±0,1	0,04		10,32 ±0,1	11,60 ±0,1	0,27		6,15 ±0,1	5,19 ±0,1	0,06	
<i>Si em frações químicas (g Si kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,16 ±0,0	0,27 ±0,0	0,07	0,13 ±0,0	0,24 ±0,0	0,06		0,35 ±0,0	0,27 ±0,0	0,1		0,89 ±0,2	0,27 ±0,0	0,24		0,17 ±0,0	0,21 ±0,0	0,06	
DT	0,88 ±0,0	1,07 ±0,0	0,07	0,86 ±0,0	0,93 ±0,0	0,25		0,54 ±0,0	0,45 ±0,0	0,08		1,28 ±0,0	1,43 ±0,0	0,07		0,70 ±0,0	0,66 ±0,0	0,33	
PYR	1,56 ±0,2	1,02 ±0,2	0,21	0,92 ±0,1	0,68 ±0,1	0,20		1,18 ±0,4	0,49 ±0,0	0,07		1,39 ±0,2	2,27 ±0,0	0,02		1,59 ±0,2	1,37 ±0,2	0,29	
NaOH	1,30 ±0,1	0,89 ±0,0	0,15	1,04 ±0,1	0,81 ±0,0	0,27		2,01 ±0,1	1,57 ±0,1	0,03		1,31 ±0,1	1,42 ±0,0	0,29		1,53 ±0,1	1,42 ±0,1	0,23	
<i>SiO<sub>2</sub> (g kg<sup>-1</sup> argila)</i>																			
HH	0,34 ±0,0	0,58 ±0,0	0,002	0,28 ±0,0	0,51 ±0,0	0,004		0,75 ±0,0	0,58 ±0,0	0,01		1,90 ±0,5	0,58 ±0,1	0,08		0,36 ±0,0	0,45 ±0,0	0,02	
DT	1,88 ±0,1	2,29 ±0,0	0,01	1,84 ±0,0	1,99 ±0,0	0,05		1,16 ±0,0	0,96 ±0,0	0,01		2,74 ±0,1	3,06 ±0,0	0,04		1,50 ±0,1	1,41 ±0,0	0,18	
PYR	3,34 ±0,4	2,18 ±0,3	0,07	1,97 ±0,1	1,46 ±0,2	0,06		2,53 ±0,9	1,05 ±0,1	0,15		2,97 ±0,4	4,86 ±0,1	0,03		3,40 ±0,4	2,93 ±0,4	0,26	
NaOH	2,78 ±0,1	1,90 ±0,1	0,04	2,22 ±0,1	1,73 ±0,1	0,12		4,30 ±0,1	3,36 ±0,1	0,02		2,80 ±0,1	3,04 ±0,1	0,13		3,27 ±0,1	3,04 ±0,1	0,25	

<sup>a</sup> HH = hidroxilamina; DT = ditionito de sódio; PYR = pirofosfato de sódio; NaOH = hidróxido de sódio; NR = não recuperado.

FONTE: A autora (2020).



A extração de Si seguiu comportamentos semelhantes à extração de Al. O NaOH foi responsável pelas maiores extrações de Si em relação a HH, DT e PYR (Tabelas 4a e 4b). Majoritariamente na TPI a sequência de maiores extratores de Si após o NaOH foi HH>PYR>DT, já no solo referência NaOH>HH>DT>PYR (Tabelas 4a e 4b). De maneira geral, assim como na extração de Al, não houve um padrão de extração entre os tipos de solos, ou seja, sem extrações preferenciais na TPI ou no solo referência em toda a etapa de extração sequencial (Tabelas 4a e 4b). Diferentemente do COT, Fe e Al, as maiores extrações de Si foram no sítio de Maguari em relação a Lago Grande, Caldeirão, Teotônio e Santa Paula (Tabelas 4a e 4b). O NaOH extraiu da fração argila de microagregados de TPI e do solo referência 1,68 e 1,33 g Si kg<sup>-1</sup>, respectivamente, enquanto na fração argila de macroagregados as extrações por NaOH foram de 2,01 g Si kg<sup>-1</sup> na TPI e 1,57 g Si kg<sup>-1</sup> no solo referência (Tabelas 4a e 4b). De maneira geral, os microagregados e os macroagregados tiveram comportamentos semelhantes em relação à ordem de extração, tipo de solo e sítios (Tabelas 4a e 4b).

### 3.5.4 RELAÇÕES ENTRE CARBONO, FERRO, ALUMÍNIO E SILÍCIO

A partir das relações entre os teores de COT e Fe extraídos foi possível notar que tanto em TPI (Figura 2a) como no solo referência (Figura 2b) dos sítios de Lago Grande, Caldeirão, Maguari, Teotônio e Santa Paula, houve baixas correlações entre esses elementos dissolvidos pela HH ( $R^2=0,08$  vs  $R^2=0,37$ ), pelo DT ( $R^2=0,00$  vs  $R^2=0,18$ ) e pelo NaOH ( $R^2=0,22$  vs  $R^2=0,16$ ). O PYR foi o único extrator que apresentou boas correlações entre o COT e o Fe extraídos para a TPI (de  $R^2=0,88$ ; Figura 2a) e para o solo referência ( $R^2=0,91$ ; Figura 2b), o que infere que as amostras que liberaram mais carbono, também liberaram mais Fe. Mesmos comportamentos foram observados para as relações entre COT e Al extraídos das amostras de TPI (Figura 3a) e do solo referência (Figura 3b). Para a HH, o DT e o NaOH as correlações também foram baixas, com exceção novamente do PYR que apresentou  $R^2=0,64$  na TPI (Figura 3a) e  $R^2=0,92$  para o solo referência (Figura 3b). As baixas concentrações de COT liberado por HH e o NaOH sugerem que essas fases minerais de baixa cristalinidade não complexadas fortemente a matéria orgânica contribuem pouco para o grande *pool* de acumulação de matéria orgânica nos solos de TPI e referência. O mesmo pode ser observado pela inclinação rasa

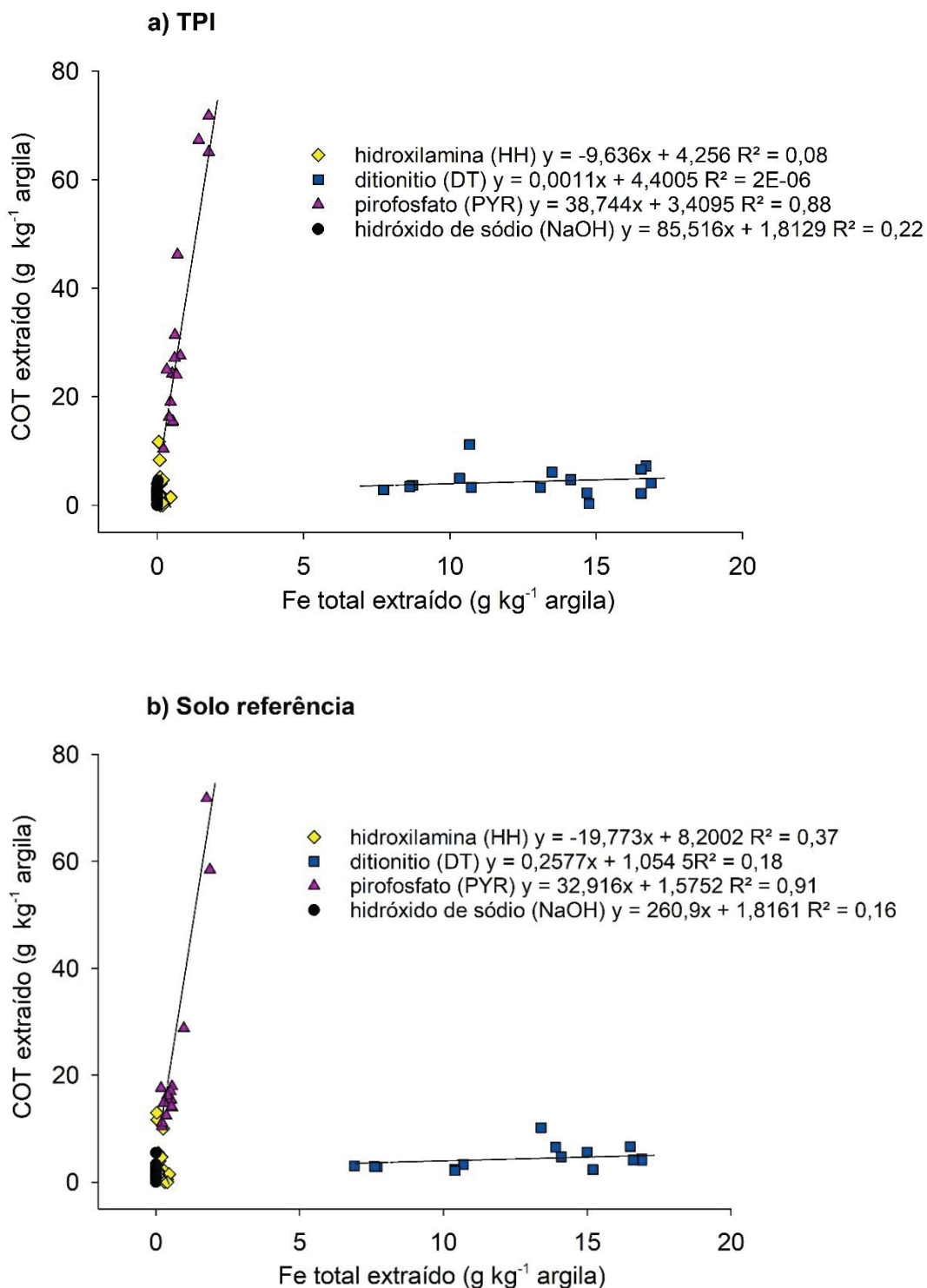
nas regressões de COT extraído e correlacionado com as fases de óxidos de Fe cristalinas extraídas por DT. A relação positiva entre COT, Fe e Al extraído por PYR sugere as associações organo-minerais como os grandes estabilizadores de matéria orgânica nesses solos.

Quando realizado a relação entre as concentrações de COT e Si extraídas após NaOH foi possível identificar a formação de dois diferentes grupos (Figura 4). O grupo 1 extraiu menores quantidades de ambos os elementos ( $R^2 = 0,53$ ;  $p < 0,01$ ), enquanto o grupo 2 se encontram as amostras que liberam mais COT e também mais Si após a extração básica ( $R^2 = 0,73$ ;  $p < 0,01$ ; Figura 4). O teor médio de caulinita nos microagregados de argila, independente do solo e do sítio, após a extração com NaOH foi de  $704,0 \text{ g kg}^{-1}$  em relação a média de gibbsita de  $38,7 \text{ g kg}^{-1}$  (Tabela 5). Os dados da análise de termogravimetria (ATG), térmica diferencial (ATD) e a relação positiva entre COT e Si sugerem a associação preferencial da matéria orgânica com caulinita, tanto na TPI como no solo referência de Lago Grande, Caldeirão, Maguari, Teotônio e Santa Paula (Figura 4).

### 3.5.5 CARACTERIZAÇÃO CRISTALOGRÁFICA DOS MINERAIS ASSOCIADOS AO CARBONO

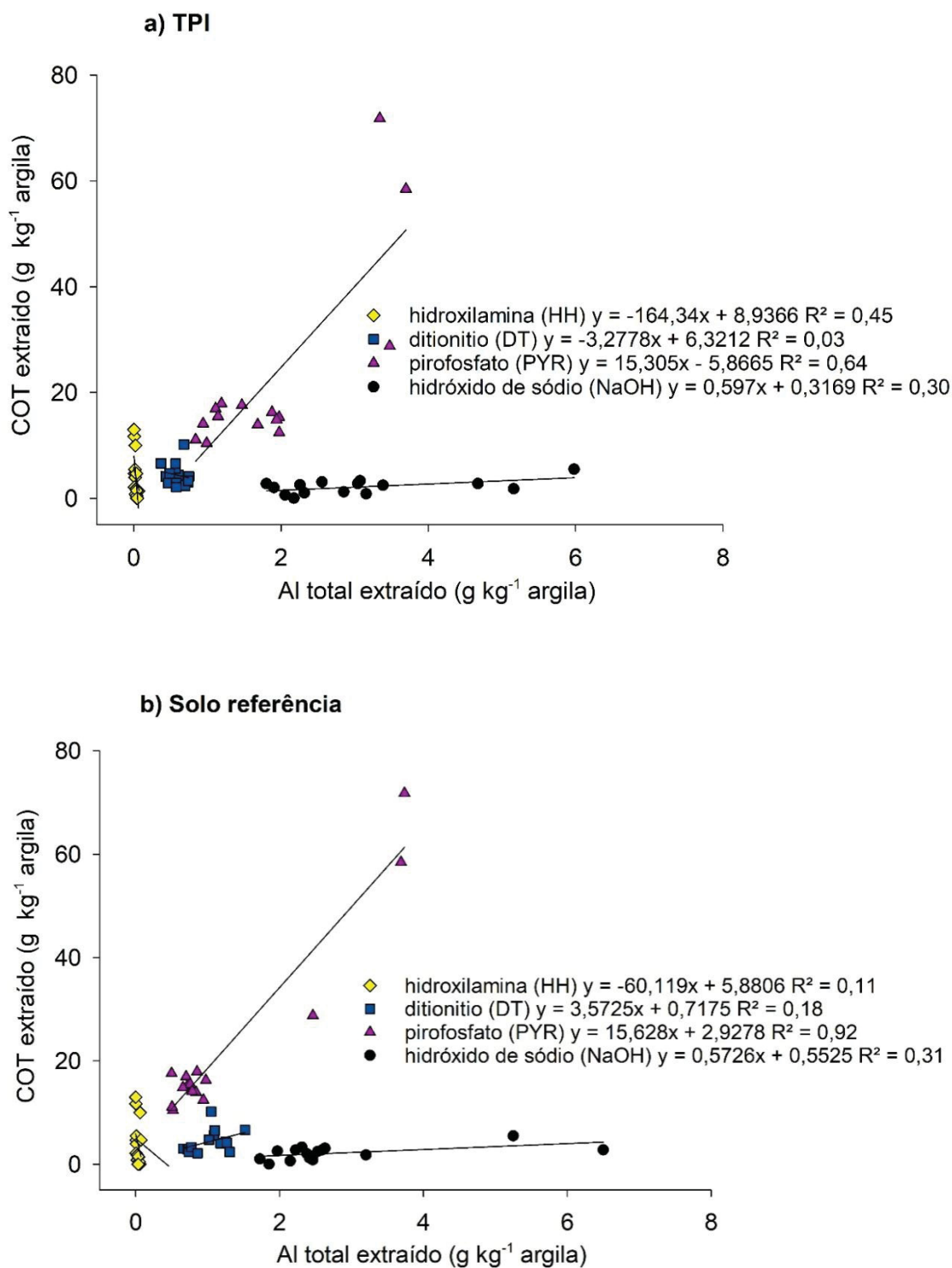
Associado aos dados de ATG e ATD, os difratogramas de raios-X (DRX) das amostras da fração argila natural (a) e após as extrações sequenciais com (b) HH, (c) DT, (d) PYR e (e) NaOH também mostraram que as TPIs e os solos referências de todos os sítios são essencialmente cauliniticos (Figura 5a. DRX TPI de Teotônio e Figura 5b. DRX solo referência de Teotônio). Os óxidos de Fe (goethita e hematita) e os óxidos de Al (gibbsita) também mostraram serem importantes constituintes desses solos amazônicos (Figuras 5a e 5b). Após o tratamento com o NaOH, as reflexões de caulinita tiveram alterações no diâmetro médio do cristal (DMC), largura a meia altura (LMH), distância basal (d) e *micro strain* (Tabela 5), e a partir da correlação com o teor de COT dissolvido por esse mesmo extrator foi possível identificar as características da caulinita que estão preferencialmente associados a matéria orgânica do solo.

FIGURA 2 - RELAÇÃO ENTRE CARBONO ORGÂNICO TOTAL E FERRO TOTAL EXTRAÍDOS COM HIDROXILAMINA  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ , DITIONITO DE SÓDIO  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ , PIROFOSFATO DE SÓDIO  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  E HIDRÓXIDO DE SÓDIO  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$  DA FRAÇÃO ARGILA EM MICROAGREGADOS ( $< 0,5 \text{ mm}$ ) DA CAMADA DE 0-10 CM DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).



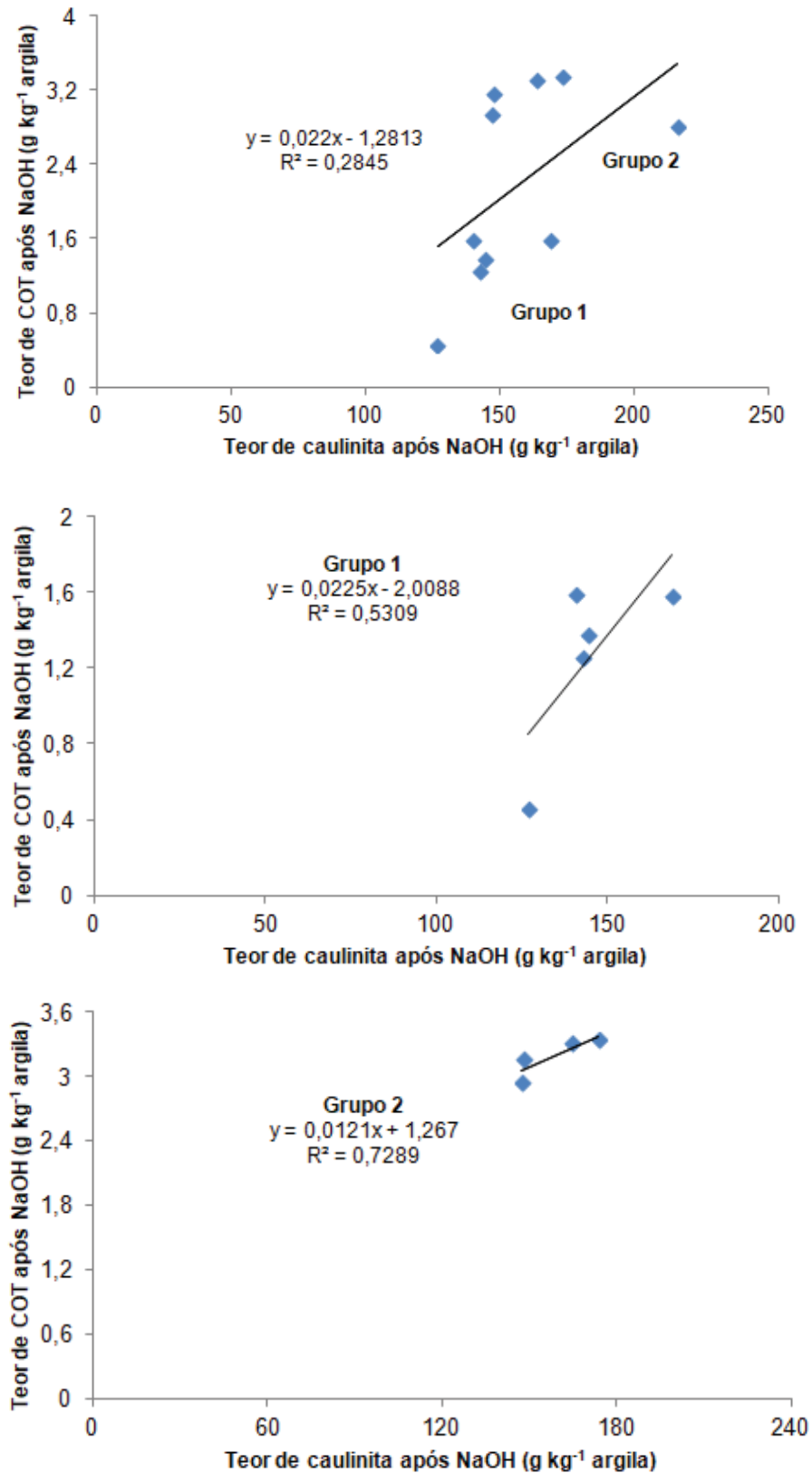
FONTE: A Autora (2020).

FIGURA 3 - RELAÇÃO ENTRE CARBONO ORGÂNICO TOTAL E ALUMÍNIO TOTAL EXTRAÍDOS COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L<sup>-1</sup>, DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L<sup>-1</sup>, PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L<sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> DA FRAÇÃO ARGILA EM MACROAGREGADOS (> 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 CM DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).



FONTE: A Autora (2020).

FIGURA 4 - RELAÇÃO ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL E SÍLÍCIO NA FRAÇÃO ARGILA TRATADA HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).



FONTE: A Autora (2020).

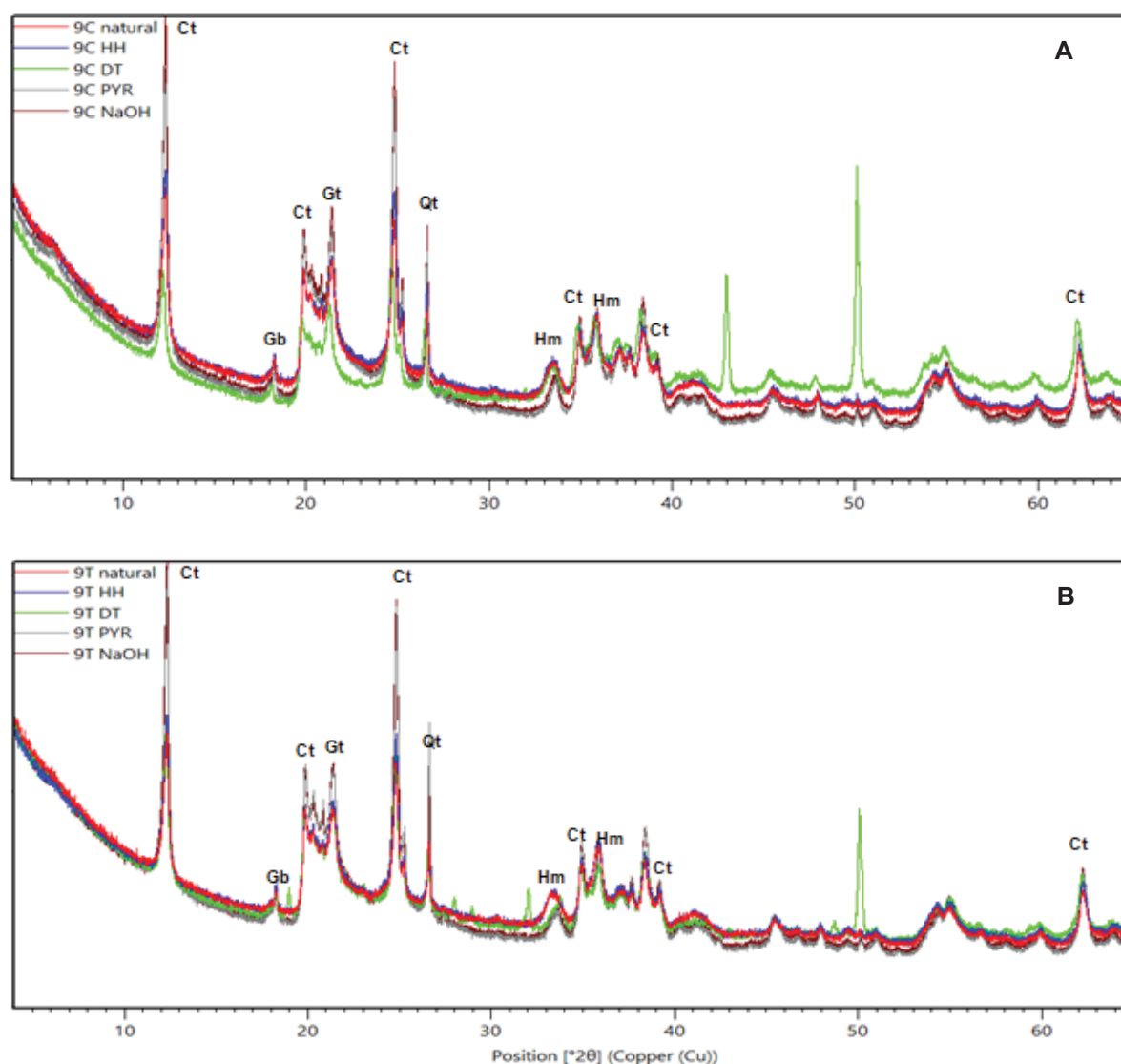
Da mesma maneira para os óxidos de Fe e Al, a partir das relações entre os parâmetros cristalográficos e o COT extraído pelo DT, foi possível inferir sobre as características da hematita e da goethita que estão preferencialmente associados aos grupos carboxílicos da TPI e dos solos referências (dados apresentados no apêndice).

Para a caulinita, os resultados das correlações entre os parâmetros cristalográficos obtidos por DRX, ou seja, dados de cristalinidade principalmente, e o COT dissolvido da TPI e do solo referência antes e após o NaOH não apresentaram um modelo em suas diferentes reflexões (001, 002, 020, 201, 202 e 301). Na TPI, a diferença entre os dados de LHM da reflexão Ct (001) obtidos antes e após o NaOH se correlacionaram com o COT dissolvido por esse extrator ( $r=0,79$ ;  $p<0,01$ ), assim como a diferença entre os dados de *micro strain* ( $r=0,64$ ;  $p<0,01$ ). Para o solo referência o parâmetro cristalográfico da Ct (001) que apresentou melhores correlações com o COT dissolvido pelo NaOH foi o DMC, obtido tanto da relação de diferença antes e após o NaOH ( $r=0,61$ ;  $p<0,01$ ) como da diferença entre o DMC da argila natural e após o NaOH ( $r=0,76$ ;  $p<0,01$ ). Nas reflexões da Ct (020) e Ct (201) não foram observados boas correlações entre dados cristalográficos e o COT em ambos os solos (TPI e referência). Já para a Ct (202), a única correlação observada foi para o solo referência, entre o COT dissolvido pelo NaOH e o DMC obtido da relação de diferença antes e após o NaOH ( $r=0,65$ ;  $p<0,01$ ). De todas as reflexões da caulinita, a Ct (301) do solo referência foi a que apresentou a maior correlação entre o COT dissolvido pelo NaOH e o dados de DMC obtidos pela diferença antes e após esse mesmo extrator ( $r=0,82$ ;  $p<0,01$ ); sem efeitos na TPI. Um padrão de resultado foi observado na correlação entre o teor de caulinita ( $\text{g kg}^{-1}$ ) antes da extração com o NaOH e o COT dissolvido por esse mesmo extrator ( $r=0,51$ ;  $p<0,01$ ) na TPI, independente da reflexão de caulinita (001, 002, 020, 201, 202 e 301).

Em relação aos óxidos de Fe, não houve correlação entre nenhum parâmetro cristalográfico na reflexão de Gt (110) e o COT dissolvido pelo DT na condição de solo de TPI. Entretanto, nos solos referências, os dados de LMH, *micro strain* e relação Gt/Hm da Gt (110), obtidos pela relação de diferença antes e após o DT, apresentaram correlações significativas com o COT dissolvido por esse extrator ( $r=0,85$ ,  $r=0,83$  e  $r=0,63$ ,  $p<0,01$ , respectivamente). Em relação à hematita, no solo de TPI foi observada correlação entre o COT dissolvido pelo DT e os dados de LHM ( $r=0,83$ ;  $p<0,01$ ) e *micro strain* ( $r=0,83$ ;  $p<0,01$ ) da reflexão Hm (104) obtidos antes a

após o DT. Os resultados mais relevantes para a hematita foram nos solos referências, onde foi observada uma correlação de  $r=0,99$  ( $p>0,01$ ) entre os dados de LHM e *micro strain* da Hm (104) obtidos pela diferença antes e após o DT e o COT dissolvido. No caso da Hm (110), tanto na TPI como no solo referência, foi observada correlação entre os dados de substituição isomórfica (SI) da relação antes e após o DT e o COT dissolvido por esse mesmo extrator ( $r=0,65$ ;  $p<0,01$ ).

FIGURA 5 - DIFRATOGRAMAS DE RAIOS-X DA FRAÇÃO ARGILA NATURAL E TRATADA COM HIDROXILAMINA  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ , DITIONITO DE SÓDIO  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ , PIROFOSFATO DE SÓDIO  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  E HIDRÓXIDO DE SÓDIO  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$  DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NO SÍTIO DE TEOTÔNIO (PORTO VELHO-RO).



FONTE: A Autora (2020).



TABELA 5 - LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA, DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), SUBSTITUIÇÃO ISOMÓRFICA (SI) DE Fe POR Al NA HEMATITA (Hm) NA FRAÇÃO ARGILA NATURAL E TRATADA COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L<sup>-1</sup>, DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L<sup>-1</sup>, PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L<sup>-1</sup> E HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> EM **MICROAGREGADOS (< 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	Lago Grande		Caldeirão		Maguari		Teotônio		Santa Paula	
	TPI	Ref	TPI	Ref	TPI	Ref	TPI	Ref	TPI	Ref
<i>ARGILA NATURAL</i>										
<i>LMH (°θ)</i>										
Gt (110)	1,28	0,59	1,08	1,16	2,22	2,16	1,54	1,56	2,11	2,04
<i>d (nm)</i>										
Gt (110)	0,415	0,415	0,388	0,415	0,417	0,417	0,416	0,415	0,417	0,416
Hm (104)	0,266	0,266	0,266	0,266	0,266	0,266	0,270	0,267	0,266	0,266
Hm (110)	0,250	0,250	0,250	0,256	0,251	0,251	0,252	0,251	0,250	0,250
<i>Gt (110) /Hm(104)</i>	0,74	0,68	0,50	0,74	0,78	0,84	0,72	0,84	0,80	0,86
<i>DMC (nm)</i>										
Gt (110)	7,5	17,5	9,5	8,3	4,2	4,3	6,2	6,1	4,4	4,6
Hm (104)	23,5	24,5	22,5	27,9	20,4	33,2	13,8	11,1	24,4	29,0
Hm (110)	7,4	8,9	15,3	21,7	8,6	10,4	7,0	9,1	8,5	9,3
<i>SI (mol %)</i>										
Hm (110)	18	21	23	18	13	14	5	17	19	19
<i>HIDROXILAMINA</i>										
<i>LMH (°θ)</i>										
Gt (110)	1,25	1,00	1,18	1,72	2,29	2,13	1,56	1,34	2,06	1,96
<i>d (nm)</i>										
Gt (110)	0,415	0,415	0,415	0,416	0,418	0,416	0,416	0,415	0,417	0,417
Hm (104)	0,266	0,266	0,266	0,266	0,266	0,266	0,268	0,268	0,267	0,266
Hm (110)	0,251	0,251	0,251	0,251	0,251	0,251	0,251	0,250	0,251	0,251
<i>Gt (110) /Hm(104)</i>	0,74	0,81	0,71	0,83	0,82	0,83	0,67	0,70	0,77	0,84
<i>DMC (nm)</i>										
Gt (110)	7,7	9,8	8,2	5,5	4,0	4,4	6,1	7,1	4,6	4,8
Hm (104)	21,9	25,4	26,5	21,8	20,9	30,6	9,2	11,2	17,7	29,7
Hm (110)	7,6	8,7	7,2	9,5	9,9	9,5	8,9	9,7	8,1	9,1
<i>SI (mol %)</i>										
Hm (110)	17	17	16	15	13	15	16	18	17	16
<i>DITIONITO DE SÓDIO</i>										
<i>LMH (°θ)</i>										
Gt (110)	nd	nd	1,49	2,08	1,59	2,26	0,87	2,29	1,62	nd
<i>d (nm)</i>										
Gt (110)	nd	nd	0,418	0,416	0,421	0,417	0,416	0,417	0,418	nd
Hm (104)	nd	nd	0,267	0,266	0,266	0,266	0,268	0,267	0,266	nd
Hm (110)	nd	nd	0,251	0,250	0,251	0,251	0,257	0,249	0,251	nd



<i>Gt (110) /Hm(104)</i>	nd	nd	0,68	0,87	0,70	0,93	0,91	0,88	0,77	nd
<i>DMC (nm)</i>										
<i>Gt (110)</i>	nd	nd	6,4	4,5	5,9	4,1	11,4	4,1	5,7	nd
<i>Hm (104)</i>	nd	nd	28,1	33,9	36,2	95,8	15,7	31,8	25,9	nd
<i>Hm (110)</i>	nd	nd	8,5	12,3	10,2	11,0	20,6	3,8	9,1	nd
<i>SI (mol %)</i>										
<i>Hm (110)</i>	nd	nd	8	20	8	13	15	41	15	nd
<i>PIROFOSFATO DE SÓDIO</i>										
<i>LMH (°θ)</i>										
<i>Gt (110)</i>	1,53	1,28	1,51	2,18	2,39	2,21	0,89	1,99	1,48	1,96
<i>d (nm)</i>										
<i>Gt (110)</i>	0,415	0,415	0,415	0,417	0,417	0,417	0,415	0,416	0,415	0,417
<i>Hm (104)</i>	0,266	0,266	0,266	0,266	0,266	0,266	0,267	0,267	0,266	0,266
<i>Hm (110)</i>	0,250	0,250	0,250	0,250	0,251	0,251	0,253	0,250	0,250	0,251
<i>Gt (110) /Hm(104)</i>	0,80	0,76	0,79	0,84	0,84	0,86	0,89	0,80	0,77	0,83
<i>DMC (nm)</i>										
<i>Gt (110)</i>	6,2	7,5	6,3	4,2	3,8	4,1	11,1	4,7	6,3	4,8
<i>Hm (104)</i>	36,2	34,7	38,8	41,6	43,7	92,8	12,7	19,1	65,0	57,6
<i>Hm (110)</i>	8,3	7,5	9,8	9,6	11,3	10,5	26,4	9,2	9,4	9,0
<i>SI (mol %)</i>										
<i>Hm (110)</i>	22	19	20	20	15	15	20	19	20	14
<i>Ct (g kg<sup>-1</sup>)</i>	467,2	489,7	613,4	743	773	704	509,5	423,8	577,8	643,0
<i>Gb (g kg<sup>-1</sup>)</i>	39,6	56,9	47,1	43,3	32,9	30,0	12,5	36,2	31,9	29,3
<i>HIDRÓXIDO DE SÓDIO</i>										
<i>LMH (°θ)</i>										
<i>Gt (110)</i>	1,13	1,39	1,77	2,03	3,28	2,24	0,86	0,70	2,03	1,92
<i>d (nm)</i>										
<i>Gt (110)</i>	0,415	0,416	0,416	0,417	0,420	0,417	0,416	0,415	0,416	0,417
<i>Hm (104)</i>	0,266	0,266	0,266	0,266	0,266	0,266	0,267	0,268	0,266	0,266
<i>Hm (110)</i>	0,250	0,251	0,254	0,251	0,251	0,251	0,253	0,250	0,250	0,255
<i>Gt (110) /Hm(104)</i>	0,73	0,80	0,93	0,80	0,96	0,85	0,89	0,58	0,83	0,94
<i>DMC (nm)</i>										
<i>Gt (110)</i>	8,6	6,8	5,3	4,6	2,8	4,2	11,5	14,5	4,6	4,9
<i>Hm (104)</i>	37,1	33,8	33,4	30,0	50,9	63,1	11,4	16,8	47,1	43,1
<i>Hm (110)</i>	9,0	8,3	24,8	8,6	11,3	10,5	24,2	9,4	10,6	20,5
<i>SI (mol %)</i>										
<i>Hm (110)</i>	18	14	24	14	13	14	18	21	19	14
<i>Ct (g kg<sup>-1</sup>)</i>	585,4	669,4	726,5	693,0	659,0	712,0	825,3	691,5	603,5	687,9
<i>Gb (g kg<sup>-1</sup>)</i>	53,8	92,6	50,9	41,0	26,3	29,4	32,7	59,3	36,3	35,9

<sup>a</sup>Relação Gt/(Gt+Hm), DMC e SI calculados com base nos difratogramas de raios-X, segundo métodos apresentados por Melo et al. (2001); <sup>b</sup> nd = não detectado.

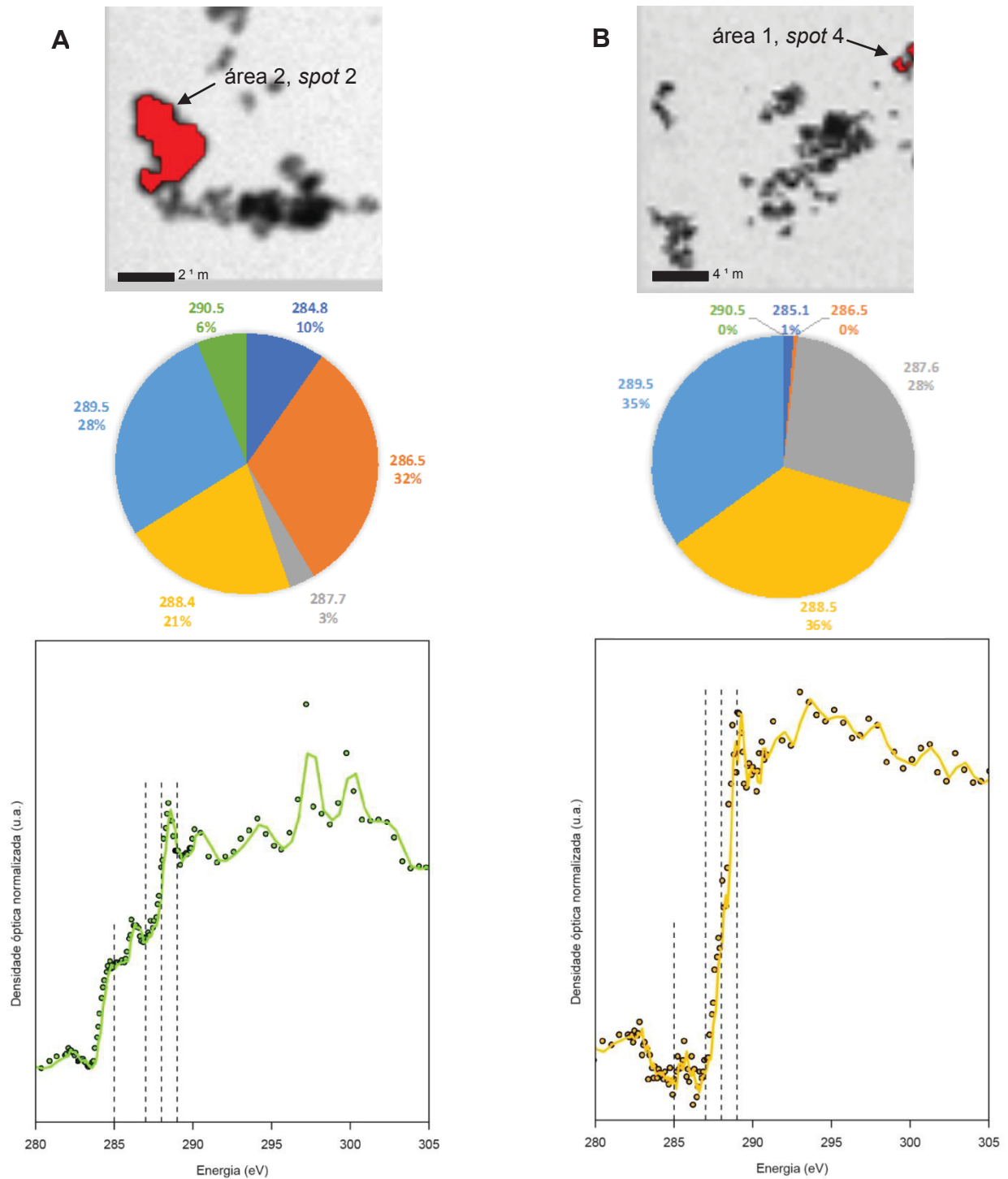
FONTE: A autora (2020).

### 3.5.6 ESPECIAÇÃO DO CARBONO POR STXM/NEXAFS

A microscopia de alta resolução STXM identificou tanto nas amostras de TPI (Figura 6a) quanto nas amostras de solo referência (Figura 6b) do sítio de Teotônio uma diversidade de regiões ricas em carbono. De maneira geral, não houve diferenças na especiação do carbono entre os dois tipos de solos (Figuras 6a e 6b).

Nas amostras de TPI foram selecionados dez pontos distribuídos em quatro regiões de interesse. O espectro C-NEXAFS extraído da TPI revelou uma banda de absorção em torno de 288,5 eV produzido por C carboxílico, que representou 21% da amostra em comparação com 36% no solo referência de Teotônio. A proporção de carbono mais lábil foi maior no solo referência em comparação com a TPI, identificado por picos em torno de 287,5 eV e 289,5 eV representados pelo C alifático e C O-alquil, respectivamente. Na TPI, o sinal de C aromático (285,4 eV) foi muito baixo, aproximadamente 3 vezes menor que C fenólico e 2 vezes menor que o C carboxílico. De maneira geral, a TPI de Teotônio mesmo em condições de presença de carvão pirogênico, teve grande parte do solo composto por C do tipo carboxílico, fenólico e O-alquil (Figura 6a). Já no solo referência, os maiores picos ocorreram na faixa entre 287,5 eV e 289,5 eV, o que caracteriza solos com maior presença de C do tipo alifático, carboxílico e O-alquil (Figura 6b).

FIGURA 6 - IMAGEM DE REGIÃO RICA EM CARBONO IDENTIFICADO POR ESPECTROCOPIA DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO E VARREDURA (STXM), DISTRIBUIÇÃO DE CARBONO E ESPECTROS DE CARBONO OBTIDOS POR ESPECTROSCOPIA DE ESTRUTURA FINA DE ABSORÇÃO (NEXAFS) EM **MICROAGREGADOS (< 0,5 mm)** DA CAMADA DE 0-10 cm DE (A) TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E (B) SOLOS REFERÊNCIA NOS SÍTIOS DE CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM) E TEOTÔNIO (PORTO VELHO-RO).



FONTE: A autora (2020).

## 3.6 DISCUSSÃO

### 3.6.1 ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL AVALIADA POR EXTRAÇÃO SEQUENCIAL

O fato das concentrações de COT dissolvidas diferir entre os extratores, em ambas as condições de solo (TPI e referência) (Tabela 2a e 2b), ocorreu pelas distintas fases e cristalinidades dos óxidos de Fe e Al e de aluminossilicatos 1:1 presentes nos solos. A aplicação da extração sequencial retira um *continuum* de compostos de baixo grau de cristalinidade até minerais com estrutura cristalina definida (COELHO et al., 2010). A HH, assim como o oxalato de amônio, possui a capacidade de dissolução total ou parcial de óxidos de Fe de baixo ordenamento estrutural, como a ferrihidrita (COELHO et al., 2010), e consequentemente material orgânico que possa estar associado a esses minerais (Figura 7a). Materiais amorfos de Al (gel de octaedros de Al) também são extraídos pela HH (Figura 7a). Devido o elevado estágio de intemperização dos solos tropicais amazônicos, minerais como ferrihidrita rapidamente são transformados em óxidos de Fe mais cristalinos (SCHWERTMANN, 1985; COSTA E BIGHAM, 2009), o que explica a baixa extração de COT e Fe tanto na TPI como nos solos referências (Tabelas 2a e 2b) pela HH, e consequentemente, baixa correlação entre esses elementos (Figura 2). Solos amazônicos normalmente apresentam razões óxidos de Fe de baixa cristalinidade:óxidos de Fe cristalinos inferiores a 0,10 (DICK, 1986; INDA JUNIOR E KAMPF, 2005). Mesmo em TPI com teores de matéria orgânica originalmente alta no solo, onde a pirolisação pode dificultar a cristalização dos óxidos por reações de redução e complexação (SCHERTMANN, 1991), a intensidade desse processo foi mediada pelas condições climáticas de temperatura e umidade favoráveis.

De maneira geral, a contribuição do carbono lábil livre não associado a minerais como a ferrihidrita dissolvidos por HH foi baixa no *pool* de matéria orgânica estabilizada em solos de TPI e referência. As maiores concentrações de Fe extraídas pelo DT (Tabela 3a e 3b) já eram esperadas, uma vez que, esse extrator atua como agente redutor e é capaz de dissolver principalmente fases cristalinas de óxidos de Fe (hematita e goethita) (MELO et al., 2001; WOWK E MELO, 2005), e consequentemente, qualquer material orgânico associado a eles (Figura 7b). Os baixos teores de COT extraídos pelo DT em ambos os solos sugere que as baixas

interações com as fases minerais mais cristalinas de óxidos de Fe também não são diretamente responsáveis pela estabilização de matéria orgânica no solo, independente da presença ou não de horizonte antrópico (Figura 7b); fato esse já consolidado em diversos estudos (HECKMANN et al., 2018, COWARD et al., 2017). Embora a baixa sorção de carbono e a falta de correlação entre COT e Fe extraídos pelo DT (Figura 2), esse material orgânico mostrou ter uma preferência de associação com hematita e goethita mais substituída isomorficamente (apêndice). A liberação de Al por DT (Tabelas 4a e 4b) evidenciam a dissolução de hematita e goethita com substituição isomórfica de Fe por Al (SCHWERTMANN E KÄMPF, 1985; MELO et al., 2001). Embora não fosse possível calcular a substituição isomórfica na goethita pela ausência da reflexão (111), a presença de grandes quantidades desse mineral na TPI e no solo referência, e o seu menor DMC em relação à hematita (Tabela 5), indicam também substituições isomórficas nesse mineral, e consequentemente menor área superficial específica (ASE) (dados não apresentados) (SCHWERTMANN E KÄMPF, 1985; INDA-JUNIOR E KÄMPF, 2005). Portanto, apoiado por essas informações e as correlações entre COT e parâmetros cristalográficos da Hm e da Gt (apêndices) é possível afirmar que na TPI ou nos solos referências, seja, Latossolo, Argissolo ou Plintossolo, há uma preferência de interação da matéria orgânica com hematita e goethita de menor grau de cristalinidade e menor tamanho de cristal. A interação da matéria orgânica com esses óxidos de Fe ocorre pela presença de hidroxilas (-OH) dos grupamentos funcionais ferrol (Fe-OH) ou aluminol (Al-OH) na superfície do mineral. O fato do Fe ser menos eletronegativo que o Al e o Si (ALLEONI et al., 2009) faz com que nas ligações dos grupos ferróis de superfície (Fe-OH) o par eletrônico fique mais próximo ao oxigênio, o que torna o hidrogênio pouco ionizável (menor acidez do grupo ferrol) e consequentemente, elevados pontos de carga zero (PCZ). Considerado que o pH das TPI variam entre 5,4 a 5,7 e dos referências entre 4,9 e 6,0 (SEGALLA, 2017), portanto abaixo da faixa de pH<sub>pcz</sub> da hematita e goethita, as superfícies desses óxidos se encontra preferencialmente carregadas positivamente (protonadas –  $\text{FeOH}_2^{+0,5}$ ). Concomitantemente, essa faixa de pH correspondendo aos valores de pK<sub>a</sub> dos ácidos carboxílicos (-COOH) mais abundantes nos solos (GU et al., 1994), portanto, grande porcentagem desse grupo se encontram dissociados (COO<sup>-</sup>), o que facilita sua adsorção as superfícies minerais (SCHWERTMANN E TAYLOR, 1989; GU et al., 1994; HANKE et al., 2015).

O fato do PYR extrair as maiores concentrações de COT comparado aos demais extratores está relacionado à já conhecida capacidade desse extrator em dissolver associações organo-minerais do solo (MCKEAGUE, 1967; KAISER E ZECH, 1996; GERKE, 2010; WAGAI et al., 2013; COWARD et al., 2017; HECKMAN et al., 2018). A matéria orgânica produzida na TPI se associou intensamente ao Fe e Al na forma elementar ou a octaedros de Fe e Al individuais ou polimerizados em poucas unidades (Figuras 7b e 8). A liberação desse Fe e Al é tamponado no solo por formas minerais desses elementos, na seguinte sequência: materiais amorfos como ferrihidrita para o Fe > hematita > goethita > géis de Al > gibbsita (Lindsay, 1979). Como não há muitas ligações Fe-Fe-Al-Al devido à intensa intercalação de COT nesse composto organo-mineral, as extrações com HH e DT não foram capazes de extrair esse Fe e Al e quebrar o composto organo-mineral. Apenas a extração com PYR, que é muito eficiente na extração de matéria orgânica, foi dissolvendo o COT, com consequente exposição e extração do Al e Fe. Os octaedros de Fe e Al individuais ou poucos polimerizados extraídos pelo PYR estão fortemente sorvidos pelos grupos ferrol e aluminol a grupamentos funcionais orgânicos (Figura 8), principalmente fenólicos e carboxílicos (Figura 6), comprovado pela forte correlação entre esses elementos (Figuras 2 e 3). Nos protocolos de análises sequenciais, normalmente a extração com PYR é colocada antes da extração com DT (FRANZMEIER et al., 1965, MCKEAGUE, 1967). No presente trabalho, optou-se pela inversão dessa sequência (DT primeiro que PYR), que permitiu separar melhor os compartimentos da associação organo-mineral. O uso do PYR antes do DT facilitaria a extração de carbono ligado por esfera interna na superfície da hematita e goethita, sem, contudo, extrair esses óxidos de Fe. Esse COT extraído da superfície da hematita e goethita seria erroneamente computado aos óxidos de Fe e Al amorfos. Essa inversão na sequência das etapas permitiu isolar a associação do COT ao Fe e Al na forma elementar (octaedros de Fe e Al individuais ou pouco polimerizados), ou seja, o que estabilizou a MO nos solos de TPI não foi à associação do COT com óxidos de Fe e Al amorfos e cristalinos.

A associação com formação de ligações covalentes entre os grupamentos minerais e orgânicos ocorre pela reação de coordenação de superfície, através de troca de ligantes (GU et al., 1994; DICK et al., 1998). Nesse tipo de adsorção, a ligação metal-oxigênio da superfície do mineral é rompida por grupos funcionais da matéria orgânica com alta densidade de cargas negativas, e, portanto, ocorre a

ligação direta do composto orgânico à superfície do mineral (hematita ou goethita) através do compartilhamento de par de elétrons de um oxigênio do grupamento funcional orgânico. Na troca de ligantes, o átomo central do óxido de Fe se comporta como um ácido de Lewis (receptor de elétrons) e os radicais da matéria orgânica como base de Lewis (doador de elétrons).

Estudos recentes têm utilizado e mostrado a eficiência da extração sequencial como uma ferramenta para quantificação da associação organo-mineral em diferentes condições de material de origem, clima e sistema de uso do solo (COWARD et al., 2017; HECKMANN et al., 2018). Da mesma maneira que esses autores, independente da textura, geologia e sistema de uso de Lago Grande, Caldeirão, Maguari, Teotônio e Santa Paula (Tabela 1), o maior índice de extratibilidade de COT foi pelo PYR (Tabelas 2a e 2b).

O Si e Al liberados com a solução mais amena de NaOH ( $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ ) é atribuído a dissolução de aluminossilicatos amorfo, gibbsita e caulinita de baixa cristalinidade (Figura 7d; Tabela 4a e 4b). Houve correlações entre os parâmetros cristalográficos (DMC, LMH, d e *micro strain*) da caulinita (001, 002, 020, 201, 202 e 301) e o COT extraídos após essa dissolução básica. As correlações positivas entre COT e os parâmetros de LMH e *micro strain* da Ct (001) no solo de TPI tratado com NaOH (apêndices) indicam que nessa interação organo-mineral, a matéria orgânica está provavelmente associada a caulinita de menor cristalinidade e menor tamanho de cristal (Figura 7d). Já nos solos referências a associação foi com caulinita de maior tamanho (correlação positiva entre COT e DMC da Ct (001)). Tanto na relação NaOH – PYR e NaOH – argila natural, as correlações indicaram que o NaOH em uma concentração mais amena ( $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ ) dissolveu minerais de caulinita de menor tamanho e menor cristalinidade, o que consequentemente aumentou os valores de DMC desse mineral (Tabela 5). No método original preconiza-se a extração de aluminossilicatos amorfo com solução de NaOH  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$  (JACKSON ET AL., 1986). Essa solução mais concentrada não separa com eficiência os diferentes *pools* de caulinita quanto a sua cristalinidade e tamanho (MELO et al., 2001). Além disso, essa associação do COT com caulinita ficou evidenciada pelas relações entre os teores extraídos de COT e de Si, em ambos os solos e sítios (Figura 4). Diante do exposto, é possível inferir que a caulinita preferencialmente extraída pelo NaOH possui maior ASE, o que contribui diretamente para maiores interações com o carbono, portanto, maiores associações organo-minerais nesses

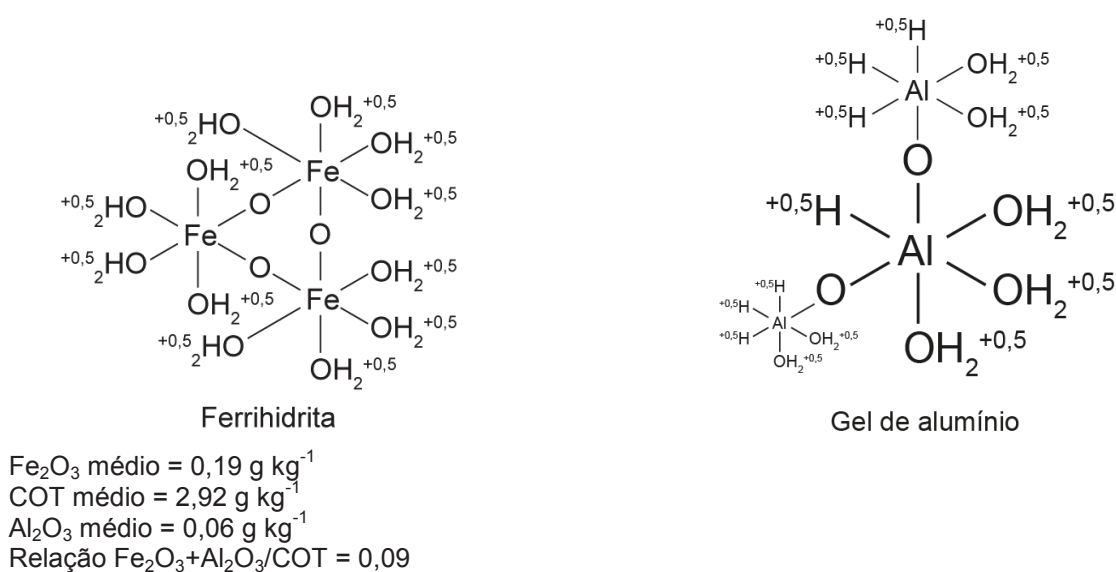


solos, independente da presença ou não de TPI. A associação por esfera interna entre o COT a caulinita é mais provável que ocorra por troca de ligantes nos grupos aluminol das lâminas octaédricas do mineral (Figura 7d).

Em relação ao COT e o Fe residual (Tabelas 2 e 3), possivelmente essas altas concentrações são justificadas pela presença de algumas partículas de carvão pirogênico hidrofóbicas, que não foram dissolvidas pelos extratores químicos, considerado um produto insolúvel em solução básica. Ou ainda, Fe presente na estrutura de minerais primários, como também observado por Coward et al. (2017), e Al (dado não apresentado) da caulinita mais cristalina não dissolvida na concentração amena de NaOH ( $0,2 \text{ mol L}^{-1}$ ). Para extração de caulinita mais cristalizada deve ser empregado o uso de concentração de NaOH  $5 \text{ mol L}^{-1}$  (NORISH E TAYLOR, 1961). A partir dos resultados apresentados e das informações citadas acima, foi proposto um esquema do processo de associação organo-mineral em solos de TPI (Figuras 7 e 8).

FIGURA 7 - VISÃO MACRO DA ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL E EXTRAÇÕES SEQUENCIAIS DA FRAÇÃO ARGILA COM (A) HIDROXILAMINA  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ , (B) DITIONITO DE SÓDIO  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ , (C) PIROFOSFATO DE SÓDIO  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  E (D) HIDRÓXIDO DE SÓDIO  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$  NA FRAÇÃO ARGILA DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

**A) HH (extração de óxidos de Fe e Al amorfos)**

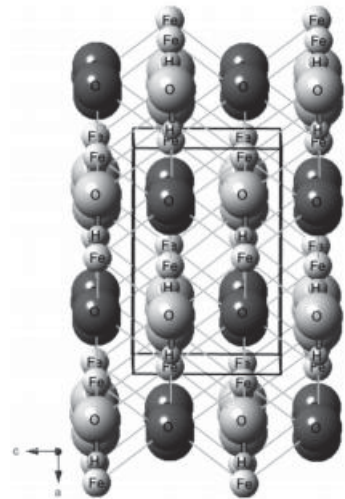
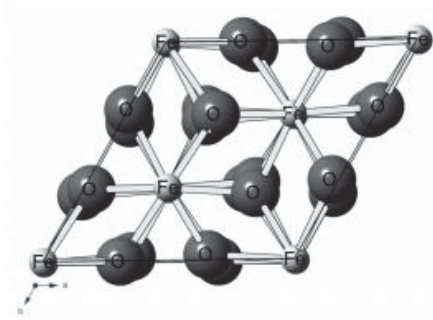


FONTE: A Autora (2020).



**B) DT (extração de óxidos de Fe cristalinos)**

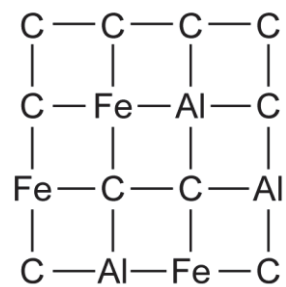
**Gt**



$\text{Fe}_2\text{O}_3$  médio =  $14,35 \text{ g kg}^{-1}$   
 COT médio =  $4,72 \text{ g kg}^{-1}$   
 Relação  $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{COT} = 3,04$

FONTE: Oliveira et al. (2013).

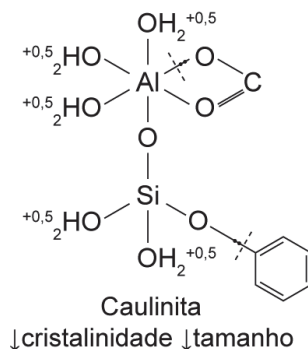
**C) PYR (extração de Fe e Al na forma elementar, e ou, na forma de octaedros individuais ou poucas unidades polimerizadas)**



$\text{Fe}_2\text{O}_3$  médio =  $1,00 \text{ g kg}^{-1}$   
 $\text{Al}_2\text{O}_3$  =  $2,45 \text{ g kg}^{-1}$   
 COT médio =  $28,9 \text{ g kg}^{-1}$   
 Relação  $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{Al}_2\text{O}_3/\text{COT} = 0,12$

FONTE: A Autora (2020).

**D) NaOH (extração aluminossilicatos amorfos, gibbsita e caulinita de baixa cristalinidade)**

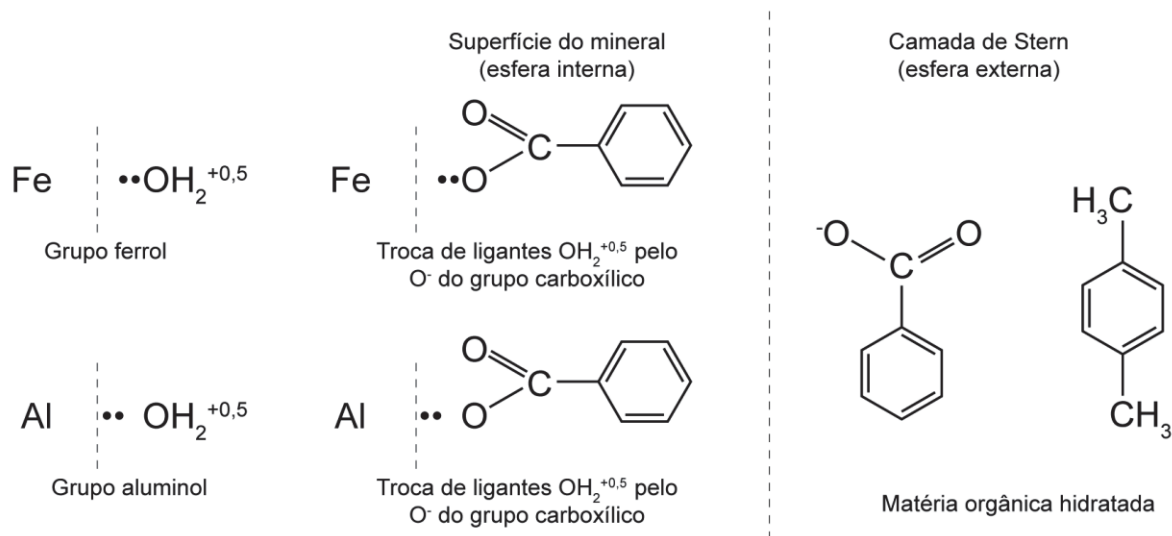


SiO<sub>2</sub> = 2,45 g kg<sup>-1</sup>  
COT médio = 1,35 g kg<sup>-1</sup>  
Relação SiO<sub>2</sub>/COT = 0,50

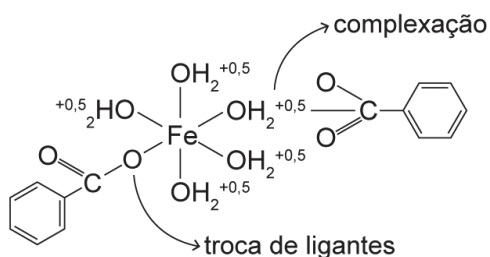
FONTE: A Autora (2020).

FIGURA 8 - MODELO QUÍMICO DA ADSORÇÃO POR ESFERA INTERNA NOS GRUPOS FERROL E ALUMINOL DA FRAÇÃO ARGILA TRATADA COM HIDROXILAMINA 0,1 mol L<sup>-1</sup>, (B) DITIONITO DE SÓDIO 0,5 mol L<sup>-1</sup>, (C) PIROFOSFATO DE SÓDIO 0,1 mol L<sup>-1</sup> E (D) HIDRÓXIDO DE SÓDIO 0,2 mol L<sup>-1</sup> NA FRAÇÃO ARGILA DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLO REFERÊNCIA NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

**A) Óxidos de Fe e Al amorfos e cristalinos (extraídos por HH e DT)**



**B) Precipitação simultânea de octaedros de Fe e Al com a matéria orgânica (complexação e troca de ligantes) (extraídos por PYR)**



FONTE: A Autora (2020).

### 3.6.2 PARTICULARIDADES DA ASSOCIAÇÃO ORGANO-MINERAL ENTRE TPI E SOLO REFERÊNCIA DE DIFERENTES CLASSES DE AGREGADOS

De modo geral, a TPI de Lago Grande, Caldeirão, Maguari, Teotônio e Santa Paula tiveram resultados de extração de COT, Fe, Al, Si e mineralogia da fração argila semelhantes aos solos referências. Um resultado contrastante entre as duas condições de solo foi em relação à extração via PYR e os dados de STXM/NEXAFS. Na TPI, o PYR teve um poder de dissolver em média 1,3 vezes mais COT em relação ao solo referência (Tabelas 2a e 2b), isso mostra como o mecanismo de associação organo-mineral por complexos de esfera interna tem grande importância na estabilização de matéria orgânica, em especial, em solos com presença de horizonte antrópico. Além disso, o COT da TPI de Teotônio mostrou uma maior natureza aromática e fenólica em relação aos solos referências (Figura 6). Embora maiores concentrações de COT de natureza mais recalcitrante em algumas condições de TPI, a dinâmica do mecanismo de associação organo-mineral mostrou ser similar para ambas às condições de solo. A grande vantagem da TPI frente à estabilização de matéria orgânica no solo se dá pela presença de carbono pirogênico, que pode chegar a corresponder até 35% da matéria orgânica total (DICK et al., 2009). Além da já conhecida recalcitrância da TPI pela presença desse material altamente aromático, através de atividade biológica do solo e alterações químicas ao longo do tempo, esse carbono pirogênico pode ser funcionalizado com grupos carboxílicos e adquirir reatividade nesses solos (NOVOTNY et al., 2009), consequentemente, contribuir para os estoques de carbono e nitrogênio.

Diante dos resultados similares entre as duas classes de agregados ( $< 0,5$  mm) para as variáveis avaliadas no estudo, a separação na malha de 500  $\mu$ m mostrou ser pouco eficiente na distinção dos mecanismos estabilizadores de matéria orgânica no solo. A dinâmica da associação organo-mineral mostrou ser semelhante tanto em microagregados como em macroagregados. Provavelmente, para uma possível distinção entre extrações químicas, mineralogia e microespectroscopia seja necessária a separação em malha de 250  $\mu$ m, considerada o limite de distribuição entre microagregados e macroagregados de solo (OADES, 1984). Estudos adicionais são necessários para melhor entender o papel de diferentes classes de agregados no mecanismo de estabilização de matéria orgânica por associação organo-mineral.

### 3.7 CONCLUSÕES

O método de extração química sequencial permitiu identificar um modelo de associação organo-mineral em terra preta de índio e solos referências da Amazônia, onde: a hidroxilamina extraiu óxidos de ferro e alumínio de baixa cristalinidade não associadas à matéria orgânica → o carbono orgânico associado a fases mais cristalinas de óxidos de ferro e alumínio foi extraído pelo ditionito de sódio → ferro e alumínio na forma elementar e/ou na forma de octaedros individuais ou poucas unidades polimerizadas adsorvidos por complexos de esfera interna com a matéria orgânica foram extraídas pelo pirofosfato de sódio → o carbono orgânico associado à aluminossilicatos e caulinita de baixa cristalinidade e menor tamanho de cristal foi dissolvido por hidróxido de sódio. Como considerações para estudos futuros, uma próxima etapa com hidróxido de sódio  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$  pode ser aplicada para dissolução do carbono orgânico associado à caulinita e gibbsita de alta cristalinidade e maior tamanho de cristal.

A terra preta de índio não afetou as extrações de carbono, ferro, alumínio, silício, nem a mineralogia da fração argila, em comparação com os solos referências. Apesar da terra preta de índio não apresentar uma dinâmica de estabilização de matéria orgânica diferente dos solos referências, como esperado inicialmente, esses solos antrópicos possuem suas vantagens por serem considerados grandes sequestradores de carbono e atuarem nesses últimos anos como um modelo de sustentabilidade de práticas agrícolas.

## REFERÊNCIAS

- ALLEONI, L.R.F., MELO, V.F., ROCHA, W. S. D. Eletroquímica, Adsorção e Troca iônica no solo. In: MELO, V.F., ALLEONI, L.R.F. **Química e mineralogia do solo**, p. 70-120, 2009.
- CHRISTENSEN, B. T. Physical fractionation of soil organic matter in primary particle size and density separates. **Advances in Soil Science**, v. 20, p. 1-90. 1992.
- COELHO, M. R., VIDAL-TORRADO, P., PEREZ, X. L. O., MARTINS, V. M., VÁZQUEZ, F. M. Fracionamento do alumínio por técnicas de dissoluções seletivas em Espodosolos da planície costeira do estado de São Paulo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**. v. 34, p. 1081-1092, 2010.
- COSTA, A. C. S., BIGHAM, J. M. Óxidos de ferro. In: MELO, V. F., ALLEONI, R. F. (Eds.). **Química e mineralogia do solo: Parte I - Conceitos básicos**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2009. p. 381-426.
- COWARD, E. K., THOMPSON, A. T., PLANTE, A. F. Iron-mediated mineralogical control of organic matter accumulation in tropical soils. **Geoderma**, v. 306, p. 206–216, 2017.
- DAHLGREN, R. A. Quantification of allophane and imogolite. In: AMONETTE, J. E., ZELAZNY, L. W. (Eds.). **Quantitative Methods in Soil Mineralogy**. Madison: Soil Science Society of America, 1984, p.430-448.
- DEMETRIO, W.C. Fauna invertebrada e qualidade do solo em Terras Pretas Amazônicas e solos adjacentes. 2019. 119 p. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) – Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/handle/1884/61887>. Acesso em: 20 nov. 2019.
- DICK, D. P. Caracterização de óxidos de ferro e adsorção de fósforo na fração argila de horizontes B latossólicos. 1986. 164 f. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre (RS), 1986.
- DICK, D. P., GOMES, J., ROSINHA, P. B. Caracterização de substâncias húmicas extraídas de solos e de lodo orgânico. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 22. p. 603-611, 1998.
- DICK, D. P., GONÇALVES, C. N., DALMOLIN, R. S. D., KNICKER, H. K., KLAMT, E., KOGEL-KNABNER, I., SIMÕES, M. L., MARTIN-NETO, L. Characteristics of soil organic matter of different Brazilian Ferralsols under native vegetation as a function of soil depth. **Geoderma**, v. 124, p. 319–333, 2005.
- DICK, D. P., NOVOTNY, E. H., DIECKOW, J., BAYER, C. Química da matéria orgânica do solo. In: MELO, V. F., ALLEONI, R. F. (Eds.). **Química e mineralogia do solo, parte II**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2009. p.381-447.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. Brasília: Embrapa, 2018.

FRANZMEIER, D. P.; HAJEK, B. F.; SIMONSON, C. H. Use of Amorphous Material to Identify Spodic Horizons 1. **Soil Science Society of America Journal**, v. 29, n. 6, p. 737-743, 1965.

GERKE, J. Humic (organic matter)-Al(Fe)-phosphate complexes: An underestimated phosphate form in soils and source of plant-available phosphate. **Soil Science**, v. 175, p. 417-425, 2010.

GLASER, B., BIRK, J. J. State of the scientific knowledge on properties and genesis of Anthropogenic Dark Earths in Central Amazonia (Terra Preta de Índio). **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 82, p. 39-51, 2012.

GU, B. H., SCHMITT, J., CHEN, Z., LIANG, L., MCCARTHY, J. F. Adsorption and desorption of natural organic matter on iron oxide: mechanisms and models. **Environmental Science & Technology**, v. 28, p. 38-46, 1994.

GUEDES, L. G. Ressorção de elementos (Pb, Cu, Ba, As e P) em materiais amorfos neoformados nas extrações EPA 3051A e água régia. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo), Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019.

HANKE, D., MELO, V. F., DIECKOW, J., DICK, D. P., BOGNOLA, I. A. Influência da matéria orgânica no diâmetro médio de minerais da fração argila de solos desenvolvidos de basalto no sul do Brasil. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 39, p. 1611-1622, 2015.

HECKMANN, K., LAWRENCE, C. R., HARDEN, J. W. sequential selective dissolution method to quantify storage and stability of organic carbon associated with Al and Fe hydroxide phases. **Geoderma**, v. 312, p. 24-35, 2018.

HOPPE, P.; COHEN, S.; MEIBOM, A. NanoSIMS: Technical Aspects and Applications in Cosmochemistry and Biological Geochemistry. **Geostandards and Geoanalytical Research**, v. 37. p. 111-154, 2013.

INDA JUNIOR, A. V., KAMPF, N. Variabilidade de goethita e hematita via dissolução redutiva em solos de região tropical e subtropical. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 29, p. 851-866, 2005.

INSTITUTO NACIONAL DE METEOROLOGIA - INMET. Normas Climatológicas do Brasil. Brasília: 2009.

JACKSON, M. L., LIM, C. H., ZELAZNY, L. W. Oxides, hydroxides, and aluminosilicates. In: KLUTE, A. (Ed.). **Methods of soil analysis. Part 1: Physical and mineralogical methods**. Madison, American Society of Agronomy, 1986. p.101-150.

KAISER, K., ZECH, W. Dissolved organic matter sorption by mineral constituents of subsoil clay fractions. **Journal of Plant Nutrition and Soil Science**, v. 163, p. 531-535, 2000.

KLEBER, M., EUSTERHUES, K., KEILUWEIT, M., MIKUTTA, C., MIKUTTTA, R., NICO, P. S. Mineral-organic associations: Formation, Properties, and Relevance in Soil Environments. In: SPARKS, D. L. (Ed.). **Advances in Agronomy**. Sao Diego, Elsevier Academic Press Inc, 2015. p.1-140.

KLEBER, M.; SOLLINS, P.; SUTTON, R. A conceptual modelo f organo-mineral interactions in soils: self-assembly of organic molecular fragments into zonal structures on mineral surfaces. **Biogeochemistry**, v. 85, p. 9-24, 2007.

KLUG, H. P., ALEXANDER, L. E. **X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials**. New York, John Wiley & Sons, 1954. 716p.

KÖGEL-KNABNER, I., GUGGENBERGER, G., KLEBER, M., KANDELER, E., KALBITZ, K., SCHEU, S., EUSTERHUES, K., LEINWEBER, P. Organo-mineral associations in temperate soils: Integrating biology, mineralogy, and organic matter chemistry. **Journal of Plant Nutrition and Soil Science**, v. 171, p. 61–82, 2008.

MAEZUMI, S. Y., ALVES, D., ROBINSON, M., DE SOUZA, J. G., LEVIS, C., BARNETT, R. L., IRIARTE, J. The legacy of 4,500 years of polyculture agroforestry in the eastern Amazon. **Nature Plants**, v. 4, n. 8, p. 540–547, 2018.

MCKEAGUE, J. A. An evaluation of 0.1 M pyrophosphate and pyrophosphate-dithionite in comparison with oxalate as extractants of the accumulation products in podzols and some other soils. **Canadian Journal of Soil Science**, v. 47, n. 2, p. 95-99, 1967.

MELO, V. F., SINGH, B., SCHAEFER, C. E. G. R., NOVAIS, R. F., FONTES, M. P. F. Chemical and mineralogical properties of kaolinite-rich Brazilian soils. **Soil Science Society of America Journal**, v. 65, p. 1324-33, 2001.

MELO, V. F., SCHAEFER, C. E. G. R., NOVAIS, R. F., SINGH, B., FONTES, M. P. F. Potassium and magnesium reserve in clay minerals of some Brazilian soils, as indicated by sequential extraction procedure. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 3, p. 2203–2225, 2002a.

MELO, V. F., NOVAIS, R. F., SCHAEFER, C. E. G. R., FONTES, M. P. F. F., SINGH, B. Mineralogia das frações areia, silte e argila de sedimentos do Grupo Barreiras no município de Aracruz, estado do Espírito Santo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 26, p. 29- 41, 2002b.

MELO, V. F., BATISTA, A. H., GILKES, R. J., RATE, A. W. Relationship between heavy metals and minerals extracted from soil clay by standard and novel acid extraction procedures. **Environmental Monitoring and Assessment**, v. 88, n. 12, 2016.



MELO, V. F.; OLIVEIRA JR., J. C., BATISTA, A. H., CHEROBIM., V. F., F. N. Goethite and hematite in bichromic soil profiles of southern Brazil: Xanthization or yellowing process. **Catena**, v. 188, p. 104445, 2020.

MUELLER, C. W., KÖLBL, A., HOESCHEN, C., HILLION, F., HEISTER, K., HERRMANN, A. M., KÖGEL-KNABER, I. Submicron scale imaging of soil organic matter dynamics using NanoSIMS – From single particles to intact aggregates. **Organic Geochemistry**, v. 42, p. 1476–1488, 2012.

NEVES, E. G., PETERSEN, J. B., BARTONE, R. N., & HECKENBERGER, M. J. The timing of Terra Preta formation in the central Amazon: archaeological data from three sites. In: GLASER, B., WOODS, W. I. (Eds). **Amazonian Dark Earths: Explorations in Space and Time**. Berlin: Springer, 2004. p. 125–134.

NORRISH, K.; TAYLOR, R. M. The isomorphous replacement of iron by aluminium in soil goethites. **Journal of Soil Science**, v. 12, n. 2, p. 294-306, 1961.

NOVOTNY, E. H., HAYES, M. H. B., MADARI, B. E., BONAGAMBA, T. J., De AZEVEDO, E. R., De SOUZA, A. A., SONG, G., NOGUEIRA, C. M., MANGRICH, A. S. Lessons from the Terra Preta de Índios of the Amazon Region for the utilization of charcoal for soil amendment. **Journal of Brazilian Chemical Society**, v. 20, p. 1003-1010, 2009.

OADES, J. M. Soil organic matter and structural stability: mechanisms and implications for management. **Plant Soil**, v. 76, p. 319-337, 1984.

OLIVEIRA, L. C. A., FABRIS, J. D., PEREIRA, M. C. Óxidos de ferro e suas aplicações em processos catalíticos: Uma revisão. **Química Nova**, v. 36, p. 123-130, 2013.

PILLON, C. N.; MIELNICZUK, J.; MARTIN-NETO, L. **Dinâmica da matéria orgânica no ambiente**. Pelotas: Embrapa Clima Temperado, 2002.

RAMALHO, B. Carbono, nitrogênio e semiquinonas em Latossolo subtropical sob sistemas de preparo e integração lavoura-pecuária. 2016. 84 p. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo) – Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/42129/R%20-%20D%20%20%20BRUNA%20RAMALHO.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 16 jan. 2020.

REMUSAT, L.; HATTON, P.; NICO, O. S.; ZELLER, B.; KLEBER, M.; DERRIEN, D. NanoSIMS Study of Organic Matter Associated with Soil Aggregates: Advantages, Limitations, and Combination with STXM. **Environmental Science & Technology**, v. 46, p. 3943–3949, 2012.

SCHWERTMANN, U. Use of oxalate for Fe extraction from soil. **Canadian Journal of Soil Science**, v. 53, p. 244-248, 1973.



SCHWERTMANN, U., FITZPATRICK, R. W., TAYLOR, R. M., LEWIS, D. G. The influence of aluminium on iron oxides. Part II. Preparation and properties of Al-substituted hematites. **Clays and Clay Minerals**, v. 29, p. 269-276, 1979.

SCHWERTMANN, U. The effect of pedogenic environments on iron oxide minerals. **Advances in Soil Science**, v. 1, p. 171-200, 1985.

SCHWERTMANN, U., KÄMPF, N. Properties of goethite and hematite in kaolinitic soils of Southern and Central Brazil. **Soil Science**, v. 139, p. 344-350, 1985.

SCHWERTMANN, U., CORNELL, R.M. **Iron Oxides in the laboratory: preparation and characterization**. First Edition, 67, 1991.

SEGALLA, R. F. Atributos químicos e físicos de terras pretas de índio e solos adjacentes da Amazônia. 2017. 80 p. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2017.

TORN, M. S., TRUMBORE, S. E., CHADWICK, O. A., VITOUSEK, P. M., HENDRICKS, D. M. Mineral control of soil organic carbon storage and turnover content were measured by horizon down to the depth at which. **Nature**, v. 389, p. 3601-3603, 1997.

TORRENT, J., CABEDO, A. Sources of iron oxides in reddish Brown soil profiles from calcarenites in Southern Spain. **Geoderma**, v. 37, p. 5766, 1986.

UNFCCC FCCC/CP/2015/L.9/Rev.1: **Adoption of the Paris Agreement**. UNFCCC, Paris, 2015.

USEPA. SW-846 EPA method 3051A. Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils and oils. In: **Test methods for evaluating solid waste**, 3rd Update. Washington: US Environmental Protection Agency, 1998.

VAN VUUREN, D., HOF, A., GERNAAT, D., BOER, H. S. Limiting global temperature change to 1.5 °C: **Implications for carbon budgets and negative emissions**. PBL Netherlands Environmental Assessment Agency, The Hague, p. 1-18, 2017.

WAGAI, R., MAYER, L. M. Sorptive stabilization of organic matter in soils by hydrous iron oxides. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 71, p. 25–35, 2007.

WAGAI, R., MAYER, L., KITAYAMA, K., SHIRATO, Y. Association of organic matter with iron and aluminum across a range of soils determined via selective dissolution techniques coupled with dissolved nitrogen analysis. **Biogeochemistry**, v. 112, p. 95–109, 2013.

WATLING, J., SHOCK, M. P., MONGELÓ, G. Z., ALMEIDA, F. O., KATER, T., DE OLIVEIRA, P. E., NEVES, E. G. Direct archaeological evidence for Southwestern Amazonia as an early plant domestication and food production centre. **PLoS One**, v. 13, n. 7, 2018.

WOWK, G. I. T. H., MELO, V. F. Avaliação do nível de chumbo, em solo de várzea, proveniente da reciclagem de baterias. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 9, n. 4, p. 613-622, 2005.

XIAO, J., HE, X., HAO, J., ZHOU, Y., ZHENG, L., RAN, W., SHEN, Q., YU, G. New strategies for submicron characterization the carbon binding of reactive minerals in long-term contrasting fertilized soils: implications for soil carbon storage. **Biogeosciences**, v. 13, p. 3607-3618, 2016.

#### 4 CONCLUSÕES GERAIS

Os maiores acúmulos de carbono e nitrogênio na terra preta de índio evidenciaram a importância e o potencial desses solos antrópicos milenares na estabilização da matéria orgânica e na qualidade do solo.

As frações físicas foram essenciais para entender os estoques preferenciais de carbono orgânico, nitrogênio e também carbono pirogênico. A já conhecida recalcitrância química (aromaticidade de estruturas pirogênicas) na terra preta índio mostrou ter um papel secundário na estabilização da matéria orgânica, frente ao mecanismo de associação organo-mineral.

A extração sequencial permitiu compreender a contribuição das diferentes fases minerais na estabilização do *pool* de matéria orgânica da terra preta de índio. Os complexos de esfera interna extraídos por pirofosfato de sódio mostraram ser os grandes estabilizadores de carbono orgânico, independente da presença de horizonte A antrópico.

Apesar da terra preta de índio não diferir nas extrações sequenciais e mineralogias em relação ao solo referência, esses solos antrópicos mostraram ser grandes sequestradores de carbono e modelos de manejo agrícola sustentável, visto seus benefícios produtivos e ambientais.

## REFERÊNCIAS

- ALLEONI, L.R.F., MELO, V.F., ROCHA, W. S. D. Eletroquímica, Adsorção e Troca Iônica no solo. In: MELO, V.F., ALLEONI, L.R.F. **Química e mineralogia do solo**, p. 70-120, 2009.
- BENITES, V.M.; TEIXEIRA, W.G.; REZENDE, M.E.; PIMENTA, A.S. Utilização de carvão e subprodutos da carbonização vegetal na agricultura: aprendendo com as terras pretas de índio. In: TEIXEIRA, W. G., KERN, D. C., MADARI, B. E., LIMA, H.N., WOODS., W (Eds). **As terras pretas de índio da Amazônia: sua caracterização e uso deste conhecimento na criação de novas áreas**. Embrapa Amazônia Ocidental, Manaus, 2009. p. 285-296.
- CHAGAS, L. F. B.; FALCÃO, N. P. S.; PADILHA, F. J.; OLIVEIRA, D. M.; GUIMARÃES, R. S.; CAMPOS, D. V. B.; MALVERDE, E. M.; FERREIRA, P. H. Z.; SOARES, R. Avaliação do impacto do cultivo de citros sobre os estoques de carbono e nitrogênio das frações leves da matéria orgânica de solos antrópicos (Terras Pretas de Índio) e solos adjacentes (Latosolos) da Amazônia Central. **Revista Virtual de Química**, v. 9, n. 5, p. 2067-2081, 2017.
- CHRISTENSEN BT. Physical fractionation of soil organic matter in primary particle size and density separates. **Advances in Soil Science**, v. 20, p. 1-90. 1992.
- CHRISTENSEN, B. T. Carbon in primary and secondary organomineral complexes. In: CARTER, M. R., STEWART, B. A., (Eds.). **Structure and organic matter storage in agricultural soils**. Boca Raton: CRC Press; 1996. p.97-165.
- CLEMENT, C. R., DENEVAN, W. M., HECKENBERGER, M. J., JUNQUEIRA, A. B., NEVES, E. G., TEIXEIRA, W. G., WOODS, W. I. The domestication of Amazonia before European conquest. **Proceedings of the Royal Society B: Biological Sciences**, v. 282, n. 1812, p. 20150813, 2015.
- COELHO, M. R., VIDAL-TORRADO, P., PEREZ, X. L. O., MARTINS, V. M., VÁZQUEZ, F. M. Fracionamento do alumínio por técnicas de dissoluções seletivas em Espodosolos da planície costeira do estado de São Paulo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**. v. 34, p. 1081-1092, 2010.
- COSTA, M. L.; KERN, D. C.; PINTO, A. H. E.; SOUZA, J. R. T. The ceramic artifacts in archaeological black earth (Terra Preta) from lower Amazon region, Brazil. **Acta Amazonica**, v. 34, n. 2, p. 165-178, 2004.
- COSTA, A. C. S., BIGHAM, J. M. Óxidos de ferro. In: MELO, V. F., ALLEONI, R. F. (Eds.). **Química e mineralogia do solo: Parte I - Conceitos básicos**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2009. p. 381-426.
- COWARD, E. K., THOMPSON, A. T., PLANTE, A. F. Iron-mediated mineralogical control of organic matter accumulation in tropical soils. **Geoderma**, v. 306, p. 206–216, 2017.

CRASWELL, E. T., LEFROY, R. D. B. The role and function of organic matter in tropical soils. In: **MARTIUS, C., TIESSEN, H., VLEK, P. (Eds.). Managing Organic Matter in Tropical Soils: Scope and Limitations**. Springer, Dordrecht, 200. p. 7-18.

CUNHA TJF, NOVOTNY EH, MADARI BE, MARTIN-NETO L, REZENDE MO, CANELAS LP, BENITES VM. Spectroscopy Characterization of Humic Acids Isolated from Amazonian Dark Earth Soils (Terra Preta De Índio) In: WOODS LEHMANN, J.,

KERN, D. C., GLASER, B., WOODS, W. (Eds). **Amazonian Dark Earths: Wim Sombroek's Vision**, 2009. p. 363-372.

DAHLGREN, R. A. Quantification of allophane and imogolite. In: AMONETTE, J. E., ZELAZNY, L. W. (Eds.). **Quantitative Methods in Soil Mineralogy**. Madison: Soil Science Society of America, 1984, p.430-448.

DEMETRIO, W.C. Fauna invertebrada e qualidade do solo em Terras Pretas Amazônicas e solos adjacentes. 2019. 119 p. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) – Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/handle/1884/61887>. Acesso em: 20 nov. 2019.

DICK, D. P. Caracterização de óxidos de ferro e adsorção de fósforo na fração argila de horizontes B latossólicos. 1986. 164 f. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre (RS), 1986.

DICK, D. P., GOMES, J., ROSINHA, P. B. Caracterização de substâncias húmicas extraídas de solos e de lodo orgânico. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 22. p. 603-611, 1998.

DICK, D. P., GONÇALVES, C. N., DALMOLIN, R. S. D., KNICKER, H. K., KLAMT, E., KOGEL-KNABNER, I., SIMÕES, M. L., MARTIN-NETO, L. Characteristics of soil organic matter of different Brazilian Ferralsols under native vegetation as a function of soil depth. **Geoderma**, v. 124, p. 319–333, 2005.

DICK, D. P., NOVOTNY, E. H., DIECKOW, J., BAYER, C. Química da matéria orgânica do solo. In: MELO, V. F., ALLEONI, R. F. (Eds.). **Química e mineralogia do solo, parte II**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2009. p.381-447.

DIECKOW, J., MIELNICZUK, J., KNICKER, H., BAYER, C., DICK, D. P., KOGEL-KNABNER, I. Composition of organic matter in a subtropical Acrisol as influenced by land use, cropping and N fertilization, assessed by CPMAS <sup>13</sup>C NMR spectroscopy. **European Journal of Soil Science**, v. 56, p. 705-715, 2005.

EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA. **Sistema Brasileiro de Classificação de Solos**. Brasília: Embrapa, 2018.

FRANZMEIER, D. P.; HAJEK, B. F.; SIMONSON, C. H. Use of Amorphous Material to Identify Spodic Horizons 1. **Soil Science Society of America Journal**, v. 29, n. 6, p. 737-743, 1965.

GERKE, J. Humic (organic matter)-Al(Fe)-phosphate complexes: An underestimated phosphate form in soils and source of plant-available phosphate. **Soil Science**, v. 175, p. 417-425, 2010.

GERMAN, L. A. Ethnoscience understandings of Amazonian Dark Earths. In J. LEHMANN, J., KERN, D.C., GLASER, B., WOODS, W.I. (Eds). **Amazonian Dark Earths: Origin, Properties, Management**. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 2003. p. 179-201.

GLASER, B. Eigenschaften und Stabilität des Humuskörpers der Indianerschwarzerden Amazoniens. Tese de Doutorado. Universität Bayreuth, Fakultät für Biologie, Chemie und Geowissenschaften, Bayreuth, 1999.

GLASER, B., BALASHOV, E., HAUMAIER, L., GUGGENBERGER, G., ZECH, W. Black carbon in density fractions of anthropogenic soils of the Brazilian Amazon region. **Organic Geochemistry**, v. 31, p. 669-678, 2000.

GLASER, B., HAUMAIER, L., GUGGENBERGER, G., ZECH, W. The Terra Preta phenomenon – a model for sustainable agriculture in the humid tropics. **Naturwissenschaften**, v. 88, p. 37-41. 2001.

GLASER, B. Prehistorically modified soils of central Amazonia: A model for sustainable agriculture in the twenty-first. **Philosophical transactions of the Royal Society of London**, London, UK, v. 362, p. 187-196, 2007.

GLASER, B., BIRK, J. J. State of the scientific knowledge on properties and genesis of Anthropogenic Dark Earths in Central Amazonia (Terra Preta de Índio). **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 82, p. 39-51, 2012.

GOLÇALVES, C.N.; DALMOLIN, R.S.D.; DICK, D.P.; KNICHER, H.; KLAMT, E. KOGEL-KNABNER, I. The effect of 10% HF treatment on the resolution of CPMAS <sup>13</sup>C NMR spectra and on the quality of organic matter in Ferralsols. **Geoderma**, v. 116, p. 373-392, 2003.

GU, B. H., SCHMITT, J., CHEN, Z., LIANG, L., MCCARTHY, J. F. Adsorption and desorption of natural organic matter on iron oxide: mechanisms and models. **Environmental Science & Technology**, v. 28, p. 38–46, 1994.

GUEDES, L. G. Ressorção de elementos (Pb, Cu, Ba, As e P) em materiais amorfo neoformados nas extrações EPA 3051A e água régia. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo), Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019.

HANKE, D., MELO, V. F., DIECKOW, J., DICK, D. P., BOGNOLA, I. A. Influência da matéria orgânica no diâmetro médio de minerais da fração argila de solos desenvolvidos de basalto no sul do Brasil. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 39, p. 1611-1622, 2015.

HECKENBERGER, M., PETERSEN, J.B., NEVES, E.G. Village size and permanence in Amazônia: two archaeological examples from Brazil. **Latin American Antiquity**, v. 10, p. 353-376, 1999.

HECKMANN, K., LAWRENCE, C. R., HARDEN, J. W. sequential selective dissolution method to quantify storage and stability of organic carbon associated with Al and Fe hydroxide phases. **Geoderma**, v. 312, p. 24–35, 2018.

HOPPE, P.; COHEN, S.; MEIBOM, A. NanoSIMS: Technical Aspects and Applications in Cosmochemistry and Biological Geochemistry. **Geostandards and Geoanalytical Research**, v. 37. p. 111-154, 2013.

INDA JUNIOR, A. V., KAMPF, N. Variabilidade de goethita e hematita via dissolução redutiva em solos de região tropical e subtropical. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 29, p. 851-866, 2005.

INSTITUTO NACIONAL DE METEOROLOGIA - INMET. Normas Climatológicas do Brasil. Brasília: 2009.

JACKSON, M. L., LIM, C. H., ZELAZNY, L. W. Oxides, hydroxides, and aluminosilicates. In: KLUTE, A. (Ed.). **Methods of soil analysis. Part 1: Physical and mineralogical methods**. Madison, American Society of Agronomy, 1986. p.101-150.

KAISER, K., ZECH, W. Dissolved organic matter sorption by mineral constituents of subsoil clay fractions. **Journal of Plant Nutrition and Soil Science**, v. 163, p. 531-535, 2000.

KÄMPF N., KERN D. C. O solo como registro da ocupação humana pré-histórica na Amazônia. In: VIDAL-TORRADO P., ALLEONI, L. R. F., COOPER, M., SILVA, A.P., CARDOSO, E.J. (Eds). **Tópicos em Ciência do Solo**. Viçosa: Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2005. p. 277-320.

KERN, D. C., D'AQUINO, G., RODRIGUES, T. E., FRASÃO, F. J. L., SOMBROEK, W., MYERS, T. P., NEVES, E. G. Distribution of Amazonian Dark Earths in the Brazilian Amazon. In LEHMANN, J., KERN, D. C., GLASER, B., WOODS, W. (Eds.). **Amazonian Dark Earths: Origin, Properties, Management**. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 2003. P. 51-75.

KLEBER, M.; SOLLINS, P.; SUTTON, R. A conceptual modelo f organo-mineral interactions in soils: self-assembly of organic molecular fragments into zonal structures on mineral surfaces. **Biogeochemistry**, v. 85, p. 9-24, 2007.

KLEBER, M., EUSTERHUES, K., KEILUWEIT, M., MIKUTTA, C., MIKUTTTA, R., NICO, P. S. Mineral-organic associantions: Formation, Properties, and Relevance in Soil Environments. In: SPARKS, D. L. (Ed.). **Advances in Agronomy**. Sao Diego, Elsevier Academic Press Inc, 2015. p.1-140.



KLUG, H. P., ALEXANDER, L. E. **X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials**. New York, John Wiley & Sons, 1954. 716p.

KÖGEL-KNABNER, I., GUGGENBERGER, G., KLEBER, M., KANDELER, E., KALBITZ, K., SCHEU, S., EUSTERHUES, K., LEINWEBER, P. Organo-mineral associations in temperate soils: Integrating biology, mineralogy, and organic matter chemistry. **Journal of Plant Nutrition and Soil Science**, v. 171, p. 61–82, 2008.

LEHMANN, J., KERN, D.C., GERMAN, L.A., MCCANN, J., MARTINS, G.C., MOREIRA, A. Soil fertility and production potential. In J. LEHMANN, J., KERN, D.C., GLASER, B. WOODS, W.I. (Eds.). **Amazonian Dark Earths: Origin, Properties, Management**. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 2003, p. 105-124.

LIU, Z., QUEK, A., HOEKMAN, S.K., BALASUBRAMANIAN, R. Production of solid biochar fuel from waste biomass by hydrothermal carbonization. **Fuel**, v. 103, p. 943-949, 2013.

MAEZUMI, S. Y., ALVES, D., ROBINSON, M., DE SOUZA, J. G., LEVIS, C., BARNETT, R. L., IRIARTE, J. The legacy of 4,500 years of polyculture agroforestry in the eastern Amazon. **Nature Plants**, v. 4, n. 8, p. 540–547, 2018.

MCKEAGUE, J. A. An evaluation of 0.1 M pyrophosphate and pyrophosphate-dithionite in comparison with oxalate as extractants of the accumulation products in podzols and some other soils. **Canadian Journal of Soil Science**, v. 47, n. 2, p. 95-99, 1967.

MCMICHAEL, C. H., PALACE, M. W., BUSH, M. B., BRASWELL, B., HAGEN, S., NEVES, E. G., CZARNECKI, C. Predicting pre-Columbian anthropogenic soils in Amazonia. **Proceedings of the Royal Society B: Biological Sciences**, v. 281, n. 1777, p. 20132475, 2014.

MELO, V. F., SINGH, B., SCHAEFER, C. E. G. R., NOVAIS, R. F., FONTES, M. P. F. Chemical and mineralogical properties of kaolinite-rich Brazilian soils. **Soil Science Society of America Journal**, v. 65, p. 1324-33, 2001.

MELO, V. F., SCHAEFER, C. E. G. R., NOVAIS, R. F., SINGH, B., FONTES, M. P. F. Potassium and magnesium reserve in clay minerals of some Brazilian soils, as indicated by sequential extraction procedure. **Communications in Soil Science and Plant Analysis**, v. 3, p. 2203–2225, 2002a.

MELO, V. F., NOVAIS, R. F., SCHAEFER, C. E. G. R., FONTES, M. P. F., SINGH, B. Mineralogia das frações areia, silte e argila de sedimentos do Grupo Barreiras no município de Aracruz, estado do Espírito Santo. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 26, p. 29- 41, 2002b.

MELO, V. F., BATISTA, A. H., GILKES, R. J., RATE, A. W. Relationship between heavy metals and minerals extracted from soil clay by standard and novel acid extraction procedures. **Environmental Monitoring and Assessment**, v. 88, n. 12, 2016.



MELO, V. F.; OLIVEIRA JR., J. C., BATISTA, A. H., CHEROBIM., V. F., F. N. Goethite and hematite in bichromic soil profiles of southern Brazil: Xanthization or yellowing process. **Catena**, v. 188, p. 104445, 2020.

MOREIRA, A.; TEIXEIRA, W. G.; MARTINS, G. C. Extratores e disponibilidade de micronutrientes em Terra Preta de Índio da Amazônia Central. **Ciencia del Suelo**, v. 27, p. 127-34, 2009.

MUELLER, C. W., KÖLBL, A., HOESCHEN, C., HILLION, F., HEISTER, K., HERRMANN, A. M., KÖGEL-KNABER, I. Submicron scale imaging of soil organic matter dynamics using NanoSIMS – From single particles to intact aggregates. **Organic Geochemistry**, v. 42, p. 1476–1488, 2012.

NEVES, E. G., PETERSON, J. B., BARTONE, R. N., DA SILVA, C. A. Historical and socio-cultural origins of Amazonian Dark Earths. In LEHMANN, J., KERN, D. C., GLASER, B., WOODS, W. (Eds.). **Amazonian Dark Earths: Origin, Properties, Management**. The Netherlands: Kluwer Academic Publishers, 2003. p. 29-49.

NEVES, E. G., PETERSEN, J. B., BARTONE, R. N., & HECKENBERGER, M. J. The timing of Terra Preta formation in the central Amazon: archaeological data from three sites. In: GLASER, B., WOODS, W. I. (Eds). **Amazonian Dark Earths: Explorations in Space and Time**. Berlin: Springer, 2004. p. 125–134.

NORRISH, K.; TAYLOR, R. M. The isomorphous replacement of iron by aluminium in soil goethites. **Journal of Soil Science**, v. 12, n. 2, p. 294-306, 1961.

NOVOTNY, E. H., HAYES, M. H. B., MADARI, B. E., BONAGAMBA, T. J., De AZEVEDO, E. R., De SOUZA, A. A., SONG, G., NOGUEIRA, C. M., MANGRICH, A. S. Lessons from the Terra Preta de Índios of the Amazon Region for the utilization of charcoal for soil amendment. **Journal of Brazilian Chemical Society**, v. 20, p. 1003-1010, 2009.

OADES, J. M. Soil organic matter and structural stability: mechanisms and implications for management. **Plant Soil**, v. 76, p. 319-337, 1984.

OLIVEIRA, L. C. A., FABRIS, J. D., PEREIRA, M. C. Óxidos de ferro e suas aplicações em processos catalíticos: Uma revisão. **Química Nova**, v. 36, p. 123-130, 2013.

PILLON, C. N.; MIELNICZUK, J.; MARTIN-NETO, L. **Dinâmica da matéria orgânica no ambiente**. Pelotas: Embrapa Clima Temperado, 2002.

RAMALHO, B. Carbono, nitrogênio e semiquinonas em Latossolo subtropical sob sistemas de preparo e integração lavoura-pecuária. 2016. 84 p. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo) – Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2019. Disponível em: <https://acervodigital.ufpr.br/bitstream/handle/1884/42129/R%20-%20D%20%20BRUNA%20RAMALHO.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 16 jan. 2020.

RAMALHO, B., DIECKOW, J., BARTH, G., SIMON, P. L., MANGRICH, A. S., BREVILIERI, R. C. No-tillage and ryegrass grazing effects on stocks, stratification and lability of carbon and nitrogen in a subtropical Umbric Ferralsol. **European Journal of Soil Science**, Special Issue, p. 1–14, 2020.

REMUSAT, L.; HATTON, P.; NICO, O. S.; ZELLER, B.; KLEBER, M.; DERRIEN, D. NanoSIMS Study of Organic Matter Associated with Soil Aggregates: Advantages, Limitations, and Combination with STXM. **Environmental Science & Technology**, v. 46, p. 3943–3949, 2012.

RIFFALDI, R., SCHNITZER, M. Electron spin resonance spectrometry of humic substances. **Soil Science Society of America Journal**, v. 36, p. 301-305, 1972.

RODRIGUES, T.E. Solos da Amazônia. In: ALVARES, V. V. H, FONTES L. E. F, FONTES M. P. F (Eds.). **O Solo nos Grandes Domínios Morfoclimáticos do Brasil e o Desenvolvimento Sustentado**. Viçosa. SBCS. UFV, 1996, p. 19-60.

SALTON, J.C. Matéria orgânica e agregação do solo na rotação lavoura-pastagem em ambiente tropical. 2005. 158 p. Tese (Doutorado em Ciência do Solo) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre (RS). 2005.

SCHELLEKENS, J., ALMEIDA-SANTOS, T., MACEDO, R. S., BUURMAN, P., KUYPER, T. W., VIDAL-TORRADO, P. Molecular composition of several soil organic matter fractions from anthropogenic black soils (Terra Preta de Índio) in Amazonia—A pyrolysis-GC/MS study. **Geoderma**, v. 288, p. 154-165, 2017.

SCHNITZER, M. LEVESQUE, M. Electron spin resonance as a guide to the degree of humification of peats. **Soil Science**, v. 127, p. 140-145, 1979.

SCHWERTMANN, U. Use of oxalate for Fe extraction from soil. **Canadian Journal of Soil Science**, v. 53, p. 244-248, 1973.

SCHWERTMANN, U., FITZPATRICK, R. W., TAYLOR, R. M., LEWIS, D. G. The influence of aluminium on iron oxides. Part II. Preparation and properties of Al-substituted hematites. **Clays and Clay Minerals**, v. 29, p. 269-276, 1979.

SCHWERTMANN, U. The effect of pedogenic environments on iron oxide minerals. **Advances in Soil Science**, v. 1, p. 171-200, 1985.

SCHWERTMANN, U., KÄMPF, N. Properties of goethite and hematite in kaolinitic soils of Southern and Central Brazil. **Soil Science**, v. 139, p. 344-350, 1985.

SCHWERTMANN, U., CORNELL, R.M. **Iron Oxides in the laboratory: preparation and characterization**. First Edition, 67, 1991.

SEGALLA, R. F. Atributos químicos e físicos de terras pretas de índio e solos adjacentes da Amazônia. 2017. 80 p. Dissertação (Mestrado em Ciência do Solo) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba (PR), 2017.

SHAFIZADEH, F. Introduction to pyrolysis of biomass. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, v. 3, p. 283-305, 1982.

SMITH, N. J. H. Anthrosols and human carrying capacity in Amazônia. **Annals of the Association of American Geographers**, v. 70, p. 553-566, 1980.

SOMBROEK, W. I. M., RUIVO, M. D. L., FEARNSIDE, P. M., GLASER, B., & LEHMANN, J. In: **LEHMANN, J., KERN, D.C., GLASER, B., WOODS, W.I.** (Eds.). Amazonian dark earths as carbon stores and sinks. In: **Amazonian dark earths**. Springer, dDrdrecht, 2003. p. 125-139.

SOUZA, C. R., DE AZEVEDO, C. P., ROSSI, L. M. B., DOS SANTOS, J., HIGUCHI, N. Projection of diametric distribution and carbono stock of a managed forest in Manaus/AM. **Floresta**, v.44, p.525-534, 2014.

STEVENSON, F.J. **Cycles of soil: Carbon, nitrogen, phosphorus, sùlfur, micronutrients**. John Wiley and Sons, New York, NY, 1989.

STEVENSON, F. J. **Humus chemistry: genesis, composition, reactions**. 2nd ed. New York: John Willey; 1994.

TEIXEIRA, W. G., KERN, D. C., MADARI, B. E., LIMA, H. N., WOODS, W. **As terras pretas de índio da Amazônia: sua caracterização e uso deste conhecimento na criação de novas áreas**. 1. ed. Manaus: Embrapa Amazônia Ocidental, 2009.

TORN, M. S., TRUMBORE, S. E., CHADWICK, O. A., VITOUSEK, P. M., HENDRICKS, D. M. Mineral control of soil organic carbon storage and turnover content were measured by horizon down to the depth at which. **Nature**, v. 389, p. 3601-3603, 1997.

TORRENT, J., CABEDO, A. Sources of iron oxides in reddish Brown soil profiles from calcarenites in Southern Spain. **Geoderma**, v. 37, p. 5766, 1986.

UNFCCC FCCC/CP/2015/L.9/Rev.1: **Adoption of the Paris Agreement**. UNFCCC, Paris, 2015.

USEPA. SW-846 EPA method 3051A. Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils and oils. In: **Test methods for evaluating solid waste**, 3rd Update. Washington: US Environmental Protection Agency, 1998.

VAN VUUREN, D., HOF, A., GERNAAT, D., BOER, H. S. Limiting global temperature change to 1.5 °C: **Implications for carbon budgets and negative emissions**. PBL Netherlands Environmental Assessment Agency, The Hague, p. 1-18, 2017.

WAGAI, R., MAYER, L. M. Sorptive stabilization of organic matter in soils by hydrous iron oxides. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 71, p. 25–35, 2007.

WAGAI, R., MAYER, L., KITAYAMA, K., SHIRATO, Y. Association of organic matter with iron and aluminum across a range of soils determined via selective dissolution

techniques coupled with dissolved nitrogen analysis. **Biogeochemistry**, v. 112, p. 95–109, 2013.

WATLING, J., SHOCK, M. P., MONGELÓ, G. Z., ALMEIDA, F. O., KATER, T., DE OLIVEIRA, P. E., NEVES, E. G. Direct archaeological evidence for Southwestern Amazonia as an early plant domestication and food production centre. **PLoS One**, v. 13, n. 7, 2018.

WERSHAW, R.L., LLAGUNO, E.C., LEENHEER, J.A. Mechanism of formation of humus coatings on mineral surfaces 3. Composition of adsorbed organic acids from compost leachate on alumina by solid-state  $^{13}\text{C}$  NMR. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects*, v. 108, p. 213–223, 1996.

WOODS, W.I., MCCANN, J.M. Origen y persistencia de las tierras negras de la Amazonía. In Hiraoka, M., Mora, S. (Eds.). **Desarrollo Sostenible en la Amazonía: Mito o Realidad?** 2001, p. 23-30.

WOODS, W.I., MCCANN, J.M. The anthropogenic origin and persistence of Amazonian dark earths. **Yearbook of the Conference of Latin Americanist Geographers**, v. 25, p. 7-14, 1999.

WOWK, G. I. T. H., MELO, V. F. Avaliação do nível de chumbo, em solo de várzea, proveniente da reciclagem de baterias. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, v. 9, n. 4, p. 613-622, 2005.

XIAO, J., HE, X., HAO, J., ZHOU, Y., ZHENG, L., RAN, W., SHEN, Q., YU, G. New strategies for submicron characterization the carbon binding of reactive minerals in long-term contrasting fertilized soils: implications for soil carbon storage. **Biogeosciences**, v. 13, p. 3607-3618, 2016.

APÊNDICE 1 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, ALUMÍNIO DA CAULINITA (Al 1:1), ALUMÍNIO DA GIBBSITA (Al 0:1) APÓS EXTRAÇÃO COM HIDROXILAMINA, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Gt (110)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN (GRAU DE CRISTALINIDADE) E RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA (Gt/Hm) DA Gt (110) ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDROXILAMINA E A ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO** (TPI) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe total	Al total	Al 1:1	Al 0:1	DMC	d	LMH	Micro strain	Relaçã Gt/Hm
COT	1									
Fe total	-0,407447	1								
Al total	0,1414942	0,54685782	1							
Al 1:1	0,7883735	0,1463182	0,699824	1						
Al 0:1	-0,910987	0,44219684	0,218029	-0,54455	1					
DMC	0,0574485	0,2578639	0,610761	0,417481	0,146751	1				
d	-0,145325	-0,18264201	-0,70663	-0,5112	-0,13127	-0,97565	1			
LMH	0,1153911	-0,57039629	-0,3945	-0,24909	-0,1229	-0,82497	0,694239	1		
Micro strain	-0,021387	-0,47609969	-0,38104	-0,3345	0,009609	-0,84449	0,722021	0,989076	1	
Relação Gt/Hm	-0,387312	-0,19961463	-0,73185	-0,7224	0,127667	-0,92765	0,953895	0,699604	0,754459	1

APÊNDICE 2 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, ALUMÍNIO DA CAULINITA (Al 1:1), ALUMÍNIO DA GIBBSITA (Al 0:1) APÓS EXTRAÇÃO COM DITIONITO DE SÓDIO, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Gt (110)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (D), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN (GRAU DE CRISTALINIDADE) E RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA (Gt/Hm) ENTRE A **EXTRAÇÃO COM DITIONITO DE SÓDIO E HIDROXILAMINA** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO** (TPI) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe total	Al total	Al 1:1	Al 0:1	DMC	d	LMH	Micro strain	Relação Gt/Hm
COT	1									
Fe total	0,25875	1								
Al total	0,754935	-0,43783	1							
Al 1:1	0,678805	0,469087	0,326794	1						
Al 0:1	0,045131	-0,78182	0,561084	-0,59895	1					
DMC	0,438071	0,297348	0,223559	0,942555	-0,63611	1				
d	-0,67507	-0,8272	-0,0728	-0,86171	0,69304	-0,68493	1			
LMH	-0,32676	0,240411	-0,485	-0,71006	0,210959	-0,85498	0,255238	1		
Micro strain	-0,28819	0,231893	-0,44374	-0,70325	0,239959	-0,85955	0,248151	0,998867	1	
Relaçãõ Gt/Hm	0,335546	0,923662	-0,30711	0,738277	-0,90683	0,637023	-0,92146	-0,14493	-0,15608	1

APÊNDICE 3 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, ALUMÍNIO DA CAULINITA (Al 1:1), ALUMÍNIO DA GIBBSITA (Al 0:1) APÓS EXTRAÇÃO COM HIDROXILAMINA, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Gt (110)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN (GRAU DE CRISTALINIDADE) E RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA (Gt/Hm) **ENTRE A EXTRAÇÃO COM HIDROXILAMINA E A ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLOS REFERÊNCIAS** (SEM PIROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe total	Al total	Al 1:1	Al 0:1	DMC	d	LMH	Micro strain	Relação Gt/Hm
COT	1									
Fe total	-0,58546	1								
Al total	-0,45489	0,628612	1							
Al 1:1	-0,10714	0,416557	0,926764	1						
Al 0:1	-0,95258	0,69295	0,489122	0,125658	1					
DMC	-0,38739	0,590926	0,765421	0,616221	0,590655	1				
d	0,561664	-0,027	-0,65315	-0,53614	-0,4801	-0,4816	1			
LMH	0,708824	-0,65757	-0,94313	-0,75708	-0,73292	-0,78524	0,75866	1		
Micro strain	0,708084	-0,65547	-0,94364	-0,75851	-0,73094	-0,783	0,760341	0,999989	1	
Relação Gt/Hm	0,634614	-0,62071	-0,81268	-0,59254	-0,77045	-0,95135	0,658995	0,90495	0,903251	1

APÊNDICE 4 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, ALUMÍNIO DA CAULINITA (Al 1:1), ALUMÍNIO DA GIBBSITA (Al 0:1) APÓS EXTRAÇÃO COM DITIONITO DE SÓDIO, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Gt (110)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN (GRAU DE CRISTALINIDADE) E RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA (Gt/Hm) ENTRE A **EXTRAÇÃO COM DITIONITO DE SÓDIO E HIDROXILAMINA** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLOS REFERÊNCIAS** (SEM PIROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe total	Al total	Al 1:1	Al 0:1	DMC	d	LMH	Micro strain	Relação Gt/Hm
COT	1									
Fe total	0,991947	1								
Al total	0,983834	0,953229	1							
Al 1:1	0,836294	0,760117	0,920963	1						
Al 0:1	0,997111	0,998701	0,96739	0,792235	1					
DMC	-0,82781	-0,75009	-0,9149	-0,99988	-0,78281	1				
d	0,026728	-0,1001	0,205316	0,570438	-0,04927	-0,58293	1			
LMH	0,847259	0,77316	0,928688	0,999794	0,804468	-0,99937	0,553635	1		
Micro strain	0,829193	0,75172	0,915889	0,999918	0,784343	-1	0,580926	0,999451	1	
Relação Gt/Hm	0,632677	0,5295	0,761135	0,953702	0,572031	-0,95819	0,791049	0,947395	0,957481	1



APÊNDICE 5 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, ALUMÍNIO DA CAULINITA (Al 1:1), ALUMÍNIO DA GIBBSITA (Al 0:1) APÓS EXTRAÇÃO COM HIDROXILAMINA, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Hm (104)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN (GRAU DE CRISTALINIDADE) E RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA (Gt/Hm) ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDROXILAMINA E A ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI)** NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe total	Al total	Al 1:1	Al 0:1	DMC	d	LMH	Micro strain	Relação Gt/Hm
COT	1									
Fe total	-0,40745	1								
Al total	0,141494	0,546858	1							
Al 1:1	0,788373	0,146318	0,699824	1						
Al 0:1	-0,91099	0,442197	0,218029	-0,54455	1					
DMC	-0,29092	-0,55763	-0,69982	-0,70827	0,145966	1				
d	-0,98214	0,521326	-0,14175	-0,75012	0,858421	0,244599	1			
LMH	0,830001	0,06522	0,49325	0,931642	-0,69371	-0,77463	-0,78707	1		
Micro strain	0,825774	0,070801	0,496751	0,931247	-0,68906	-0,7794	-0,78281	0,999971	1	
Relação Gt/Hm	-0,38731	-0,19961	-0,73185	-0,7224	0,127667	0,875737	0,429908	-0,75519	-0,7589	1

APÊNDICE 6 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, ALUMÍNIO DA CAULINITA (Al 1:1), ALUMÍNIO DA GIBBSITA (Al 0:1) APÓS EXTRAÇÃO COM DITIONITO DE SÓDIO, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Hm (104)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN (GRAU DE CRISTALINIDADE) E RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA (Gt/Hm) ENTRE A **EXTRAÇÃO COM DITIONITO DE SÓDIO E HIDROXILAMINA** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO** (TPI) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe total	Al total	Al 1:1	Al 0:1	DMC	d	LMH	Micro strain	Relação Gt/Hm
COT	1									
Fe total	0,800656	1								
Al total	0,244458	-0,38522	1							
Al 1:1	0,931719	0,528397	0,579927	1						
Al 0:1	-0,99945	-0,82015	-0,21205	-0,91911	1					
DMC	-0,46312	-0,9018	0,746193	-0,10961	0,492361	1				
d	-0,19602	-0,74445	0,902929	0,173496	0,228552	0,959883	1			
LMH	-0,97604	-0,65112	-0,44957	-0,98842	0,968262	0,259192	-0,02202	1		
Micro strain	-0,97296	-0,64062	-0,46182	-0,99041	0,96473	0,245873	-0,03578	0,999905	1	
Relação Gt/Hm	-0,9154	-0,9741	0,166566	-0,70669	0,928287	0,78072	0,574184	0,805883	0,797657	1

APÊNDICE 7 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, ALUMÍNIO DA CAULINITA (Al 1:1), ALUMÍNIO DA GIBBSITA (Al 0:1) APÓS EXTRAÇÃO COM HIDROXILAMINA, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Hm (104)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN (GRAU DE CRISTALINIDADE) E RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA (Gt/Hm) ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDROXILAMINA E A ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLOS REFERÊNCIAS** (SEM PIROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe total	Al total	Al 1:1	Al 0:1	DMC	d	LMH	Micro strain	Relação Gt/Hm
COT	1									
Fe total	-0,58546	1								
Al total	-0,45489	0,628612	1							
Al 1:1	-0,10714	0,416557	0,926764	1						
Al 0:1	-0,95258	0,69295	0,489122	0,125658	1					
DMC	-0,61106	0,489623	0,50459	0,395305	0,414751	1				
d	0,095338	0,529644	-0,22198	-0,24873	-0,00871	0,089338	1			
LMH	0,662259	-0,4462	-0,55431	-0,43172	-0,4615	-0,98902	0,050269	1		
Micro strain	0,673489	-0,43755	-0,5537	-0,42664	-0,47169	-0,9855	0,069471	0,999697	1	
Relação Gt/Hm	0,634614	-0,62071	-0,81268	-0,59254	-0,77045	-0,16321	0,272416	0,241505	0,249974	1

APÊNDICE 8 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, ALUMÍNIO DA CAULINITA (Al 1:1), ALUMÍNIO DA GIBBSITA (Al 0:1) APÓS EXTRAÇÃO COM DITIONITO DE SÓDIO, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Hm (104)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN (GRAU DE CRISTALINIDADE) E RELAÇÃO GOETHITA/HEMATITA (Gt/Hm) ENTRE A EXTRAÇÃO **COM DITIONITO DE SÓDIO E HIDROXILAMINA** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLOS REFERÊNCIAS** (SEM PIROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe total	Al total	Al 1:1	Al 0:1	DMC	d	LMH	Micro strain	Relação Gt/Hm
COT	1									
Fe total	0,991947	1								
Al total	0,983834	0,953229	1							
Al 1:1	0,836294	0,760117	0,920963	1						
Al 0:1	0,997111	0,998701	0,96739	0,792235	1					
DMC	0,48061	0,587806	0,315795	-0,07888	0,545827	1				
d	-0,12708	-0,00043	-0,30266	-0,65011	-0,05138	0,808748	1			
LMH	0,99033	0,999926	0,949475	0,752142	0,998006	0,597623	0,011756	1		
Micro strain	0,990588	0,999947	0,950062	0,753378	0,998123	0,596116	0,009879	0,999998	1	
Relação Gt/Hm	-0,91746	-0,85968	-0,97387	-0,98539	-0,88459	-0,09206	0,511201	-0,85339	-0,85437	1

APÊNDICE 9 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (001)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E PIROFOSFATO DE SÓDIO** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO** NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,332255546	1									
Al total	0,566931805	0,949336	1								
DMC	0,342763748	-0,69562	-0,44135096	1							
d	-0,702174136	0,146796	-0,14912682	-0,80581027	1						
LMH	-0,184322129	0,701065	0,465292801	-0,97043275	0,777477443	1					
Micro strain	-0,272908955	0,63077	0,384295656	-0,96967951	0,842091576	0,991167315	1				
Gb pós PYR	-0,588095398	-0,90742	-0,98610682	0,378018715	0,183344867	-0,40427019	-0,336675233	1			
Gb pós NaOH	-0,928747808	-0,36889	-0,6298487	-0,40241999	0,839067585	0,323285305	0,41686998	0,652320252	1		
Ct pós PYR	0,509111219	-0,39568	-0,17229816	0,837482123	-0,88157192	-0,8013144	-0,86871797	0,192544143	-0,591579211	1	
Ct pós NaOH	0,209895432	0,788067	0,694110816	-0,56561115	0,060319366	0,546488958	0,440596974	-0,5660727	-0,278245554	-0,039436682	1

APÊNDICE 10 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (001)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO** NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,332255546	1									
Al total	0,566931805	0,949336	1								
DMC	0,269809778	-0,05455	-0,10545517	1							
d	-0,583053663	-0,22687	-0,48910841	0,589711723	1						
LMH	0,793498677	0,358195	0,629561858	-0,32571919	-0,94957054	1					
Micro strain	0,639850679	0,510661	0,734154752	-0,4338068	-0,92781867	0,953685166	1				
Gb pós PYR	-0,588095398	-0,90742	-0,98610682	0,108514736	0,548296583	-0,68774751	-0,801233336	1			
Gb pós NaOH	-0,928747808	-0,36889	-0,6298487	0,106339819	0,828211859	-0,94439208	-0,828148127	0,652320252	1		
Ct pós PYR	0,509111219	-0,39568	-0,17229816	-0,1778382	-0,50954548	0,474427663	0,217137667	0,192544143	-0,591579211	1	
Ct pós NaOH	0,209895432	0,788067	0,694110816	-0,14705986	-0,08486924	0,150137339	0,197178626	-0,5660727	-0,278245554	-0,039436682	1

APÊNDICE 11 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO, E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (001)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E PIROFOSFATO DE SÓDIO** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLO REFERÊNCIA** (SEM POROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,784199412	1									
Al total	0,794229146	0,942924	1								
DMC	0,606174119	0,33144	0,54271	1							
d	-0,871260727	-0,46855	-0,55802	-0,84974	1						
LMH	-0,698510084	-0,48849	-0,6539	-0,98095	0,877493	1					
micro	-0,561114752	-0,28368	-0,4942	-0,99761	0,831668	0,973701	1				
Gb pós PYR	-0,534756816	-0,26474	-0,32609	-0,84441	0,821154	0,871822	0,863017	1			
Gb pós NaOH	-0,177465879	-0,04539	0,002843	-0,51302	0,482034	0,554989	0,555101	0,875879	1		
Ct pós PYR	-0,460793058	-0,50128	-0,62821	-0,11082	0,153918	0,118622	0,047282	-0,35151	-0,73772	1	
Ct pós NaOH	0,043696199	0,117272	0,178393	0,618425	-0,33134	-0,6429	-0,65813	-0,78354	-0,85465	0,544806	1

APÊNDICE 12 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH), E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (001)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLOS REFERÊNCIAS** (SEM PIROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,784199412	1									
Al total	0,794229146	0,942924	1								
DMC	0,764871024	0,857346	0,974895	1							
d	-0,409371041	-0,61747	-0,74973	-0,71028	1						
LMH	-0,63863841	-0,56018	-0,7788	-0,89778	0,515624	1					
Micro strain	-0,643778636	-0,69178	-0,87592	-0,96071	0,624696	0,976384	1				
Gb pós PYR	-0,534756816	-0,26474	-0,32609	-0,25276	0,588149	0,123503	0,117285	1			
Gb pós NaOH	-0,177465879	-0,04539	0,002843	0,140228	0,404136	-0,34957	-0,31685	0,875879	1		
Ct pós PYR	-0,460793058	-0,50128	-0,62821	-0,75138	0,152107	0,865201	0,853708	-0,35151	-0,73772	1	
Ct pós NaOH	0,043696199	0,117272	0,178393	0,08323	-0,73469	0,108659	0,035125	-0,78354	-0,85465	0,544806	1



APÊNDICE 13 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH), E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (002)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E PIROFOSFATO DE SÓDIO** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO** NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,332255546	1									
Al total	0,566931805	0,949336	1								
DMC	0,179746509	-0,85339	-0,65334	1							
d	-0,987668327	-0,31687	-0,56209	-0,18911	1						
LMH	-0,068283394	0,850649	0,673391	-0,96566	0,050855	1					
Micro strain	-0,093570577	0,847333	0,664791	-0,9727	0,077799	0,999469892	1				
Gb pós PYR	-0,588095398	-0,90742	-0,98611	0,594222	0,60769	-0,641727433	-0,63089	1			
Gb pós NaOH	-0,928747808	-0,36889	-0,62985	-0,16855	0,912006	0,12817155	0,145285	0,65232	1		
Ct pós PYR	0,509111219	-0,39568	-0,1723	0,739951	-0,43556	-0,8022165	-0,80637	0,192544	-0,59158	1	
Ct pós NaOH	0,209895432	0,788067	0,694111	-0,69144	-0,10276	0,567347162	0,574326	-0,56607	-0,27825	-0,03944	1

APÊNDICE 14 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH), E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (002)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO** NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,332255546	1									
Al total	0,566931805	0,949336	1								
DMC	0,347623873	0,976485	0,965579	1							
d	-0,694161708	-0,27363	-0,54851	-0,40992	1						
LMH	-0,054648085	-0,85069	-0,80915	-0,92422	0,334687	1					
Micro strain	-0,058209172	-0,85064	-0,81059	-0,92475	0,339165	0,999988641	1				
Gb pós PYR	-0,588095398	-0,90742	-0,98611	-0,95572	0,616137	0,833128282	0,834889	1			
Gb pós NaOH	-0,928747808	-0,36889	-0,62985	-0,42314	0,88868	0,183729874	0,187958	0,65232	1		
Ct pós PYR	0,509111219	-0,39568	-0,1723	-0,40062	-0,48421	0,595870234	0,592486	0,192544	-0,59158	1	
Ct pós NaOH	0,209895432	0,788067	0,694111	0,669531	-0,0714	-0,450925406	-0,45041	-0,56607	-0,27825	-0,03944	1

APÊNDICE 15 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH), E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (002)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E PIROFOSFATO DE SÓDIO** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLO REFERÊNCIA** (SEM POROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,784199412	1									
Al total	0,794229146	0,942924	1								
DMC	0,686534989	0,880577	0,981481	1							
d	-0,927714796	-0,54788	-0,62984	-0,54643	1						
LMH	-0,541840898	-0,72382	-0,89305	-0,9589	0,484651	1					
Micro strain	-0,569283595	-0,7384	-0,89942	-0,9591	0,519033	0,997888	1				
Gb pós PYR	-0,534756816	-0,26474	-0,32609	-0,30181	0,737143	0,369157	0,423452	1			
Gb pós NaOH	-0,177465879	-0,04539	0,002843	0,02512	0,36697	0,049301	0,108997	0,875879	1		
Ct pós PYR	-0,460793058	-0,50128	-0,62821	-0,62996	0,27995	0,536805	0,497286	-0,35151	-0,73772	1	
Ct pós NaOH	0,043696199	0,117272	0,178393	0,247371	-0,22042	-0,40801	-0,44828	-0,78354	-0,85465	0,544806	1

APÊNDICE 16 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH), E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (002)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLO REFERÊNCIA** (SEM POROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,784199412	1									
Al total	0,794229146	0,942924	1								
DMC	0,79353512	0,98585	0,982393	1							
d	-0,484384919	-0,67186	-0,8269	-0,73537	1						
LMH	-0,798542325	-0,99179	-0,94788	-0,97717	0,730466	1					
Micro strain	-0,798594631	-0,99139	-0,94854	-0,97716	0,732982	0,999992	1				
Gb pós PYR	-0,534756816	-0,26474	-0,32609	-0,24994	0,518577	0,379002	0,38133	1			
Gb pós NaOH	-0,177465879	-0,04539	0,002843	0,030425	0,265527	0,160178	0,161839	0,875879	1		
Ct pós PYR	-0,460793058	-0,50128	-0,62821	-0,60735	0,321968	0,427477	0,427073	-0,35151	-0,73772	1	
Ct pós NaOH	0,043696199	0,117272	0,178393	0,097737	-0,61128	-0,23588	-0,23871	-0,78354	-0,85465	0,544806	1

APÊNDICE 17 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH), E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (301)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E PIROFOSFATO DE SÓDIO** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO** NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,332255546	1									
Al total	0,566931805	0,949336	1								
DMC	-0,036951928	0,228289	0,337088	1							
d	-0,860036704	-0,70385	-0,87744	-0,20858	1						
LMH	0,067901757	-0,08183	-0,20323	-0,98669	0,106918	1					
Micro strain	0,005945239	-0,1369	-0,26144	-0,98226	0,156411	0,993685	1				
Gb pós PYR	-0,588095398	-0,90742	-0,98611	-0,44936	0,871109	0,331051	0,394564	1			
Gb pós NaOH	-0,928747808	-0,36889	-0,62985	-0,20773	0,918385	0,156815	0,189922	0,65232	1		
Ct pós PYR	0,509111219	-0,39568	-0,1723	-0,23548	-0,29619	0,206499	0,248637	0,192544	-0,59158	1	
Ct pós NaOH	0,209895432	0,788067	0,694111	-0,20472	-0,56403	0,360661	0,354373	-0,56607	-0,27825	-0,03944	1

APÊNDICE 18 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH), E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (301)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **TERRA PRETA DE ÍNDIO** NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,332255546	1									
Al total	0,566931805	0,949336	1								
DMC	-0,275537619	0,604121	0,450117	1							
d	-0,427771771	-0,17779	-0,41623	0,198329	1						
LMH	-0,22166556	-0,4566	-0,55604	-0,66966	0,469706	1					
Micro strain	-0,25552813	-0,4647	-0,57069	-0,65719	0,47445	0,999359	1				
Gb pós PYR	-0,588095398	-0,90742	-0,98611	-0,48859	0,472305	0,677956	0,692443	1			
Gb pós NaOH	-0,928747808	-0,36889	-0,62985	0,304917	0,719588	0,302527	0,330277	0,65232	1		
Ct pós PYR	0,509111219	-0,39568	-0,1723	-0,94279	-0,47436	0,431278	0,413603	0,192544	-0,59158	1	
Ct pós NaOH	0,209895432	0,788067	0,694111	0,141286	-0,06862	0,149987	0,142873	-0,56607	-0,27825	-0,03944	1

APÊNDICE 19 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH), E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (301)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E PIROFOSFATO DE SÓDIO** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLOS REFERÊNCIAS** (SEM PIROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

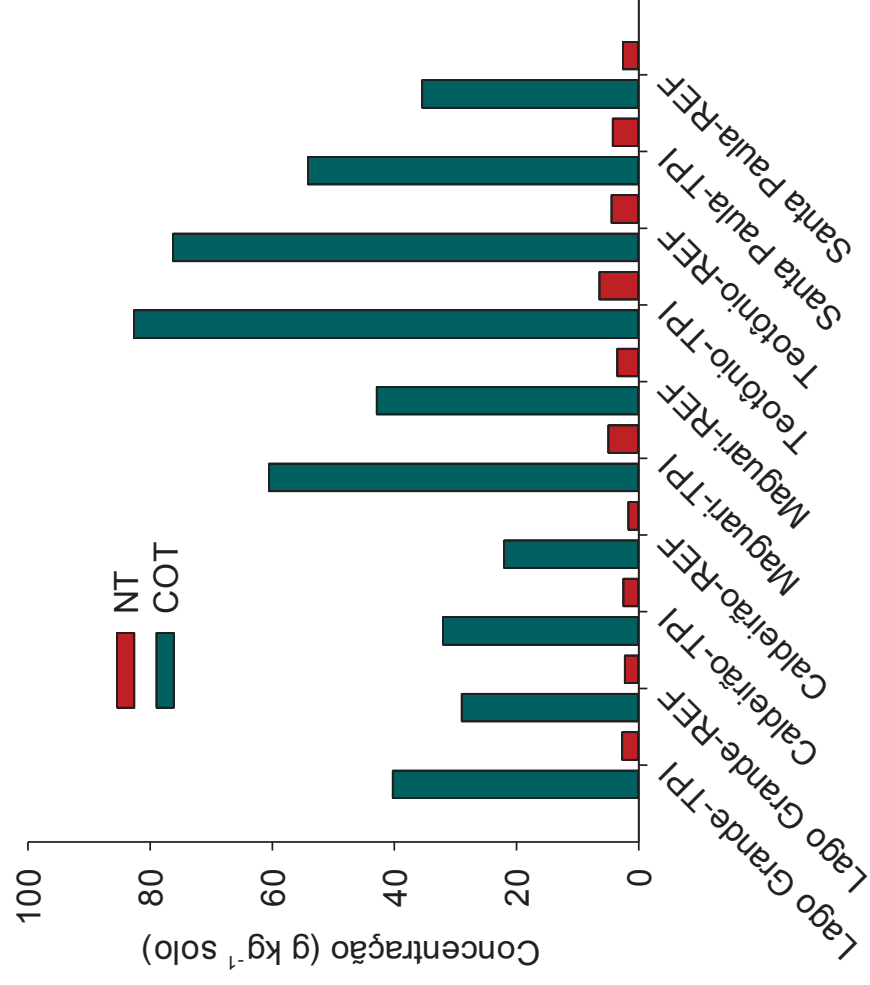
	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,784199412	1									
Al total	0,794229146	0,942924	1								
DMC	0,669749458	0,441387	0,684232	1							
d	-0,88680638	-0,49073	-0,46464	-0,43231	1						
LMH	-0,718958384	-0,53973	-0,75197	-0,98991	0,442775	1					
Micro strain	-0,718544924	-0,54383	-0,76401	-0,99272	0,449204	0,997662	1				
Gb pós PYR	-0,534756816	-0,26474	-0,32609	-0,26778	0,729215	0,212054	0,262615	1			
Gb pós NaOH	-0,177465879	-0,04539	0,002843	0,225809	0,480312	-0,27978	-0,22717	0,875879	1		
Ct pós PYR	-0,460793058	-0,50128	-0,62821	-0,76342	0,060672	0,825235	0,793516	-0,35151	-0,73772	1	
Ct pós NaOH	0,043696199	0,117272	0,178393	-0,0541	-0,17579	0,116625	0,049353	-0,78354	-0,85465	0,544806	1

APÊNDICE 20 – CORRELAÇÃO DE PEARSON ENTRE CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT), FERRO TOTAL, ALUMÍNIO TOTAL, APÓS EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO (NaOH), E DADOS CRISTALOGRAFICOS DA **Ct (301)**, DIFERENÇA DO DIÂMETRO MÉDIO DO CRISTAL (DMC), DISTÂNCIA INTERPLANAR (d), LARGURA A MEIA ALTURA (LMH), MICRO STRAIN, TEOR DE Gb E Ct ENTRE A **EXTRAÇÃO COM HIDRÓXIDO DE SÓDIO E ARGILA NATURAL** EM CLASSES DE AGREGADOS < 0,5 mm DA CAMADA DE 0-10 cm DE **SOLOS REFERÊNCIAS** (SEM PIROLISAÇÃO) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

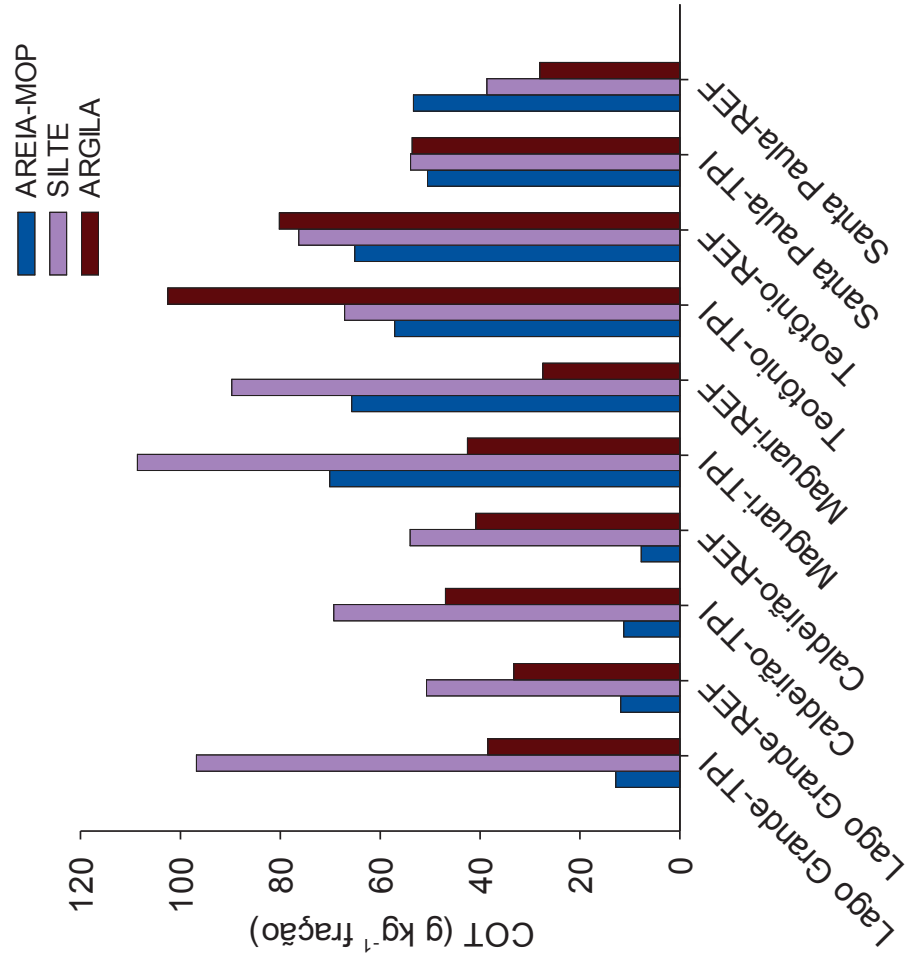
	COT	Fe	Al total	DMC	d	LMH	micro strain	Gb pós PYR	Gb pós NaOH	Ct pós PYR	Ct pós NaOH
COT	1										
Fe	0,784199412	1									
Al total	0,794229146	0,942924	1								
DMC	0,818372956	0,85699	0,903819	1							
d	-0,349724768	-0,71901	-0,8187	-0,77053	1						
LMH	-0,851511907	-0,8447	-0,9611	-0,93465	0,758632	1					
Micro strain	-0,849596746	-0,89781	-0,97715	-0,96282	0,788752	0,991159	1				
Gb pós PYR	-0,534756816	-0,26474	-0,32609	-0,68923	0,284475	0,503207	0,511699	1			
Gb pós NaOH	-0,177465879	-0,04539	0,002843	-0,41985	0,112744	0,113679	0,164636	0,875879	1		
Ct pós PYR	-0,460793058	-0,50128	-0,62821	-0,27417	0,359515	0,579863	0,523575	-0,35151	-0,73772	1	
Ct pós NaOH	0,043696199	0,117272	0,178393	0,515934	-0,50681	-0,26985	-0,30879	-0,78354	-0,85465	0,544806	1



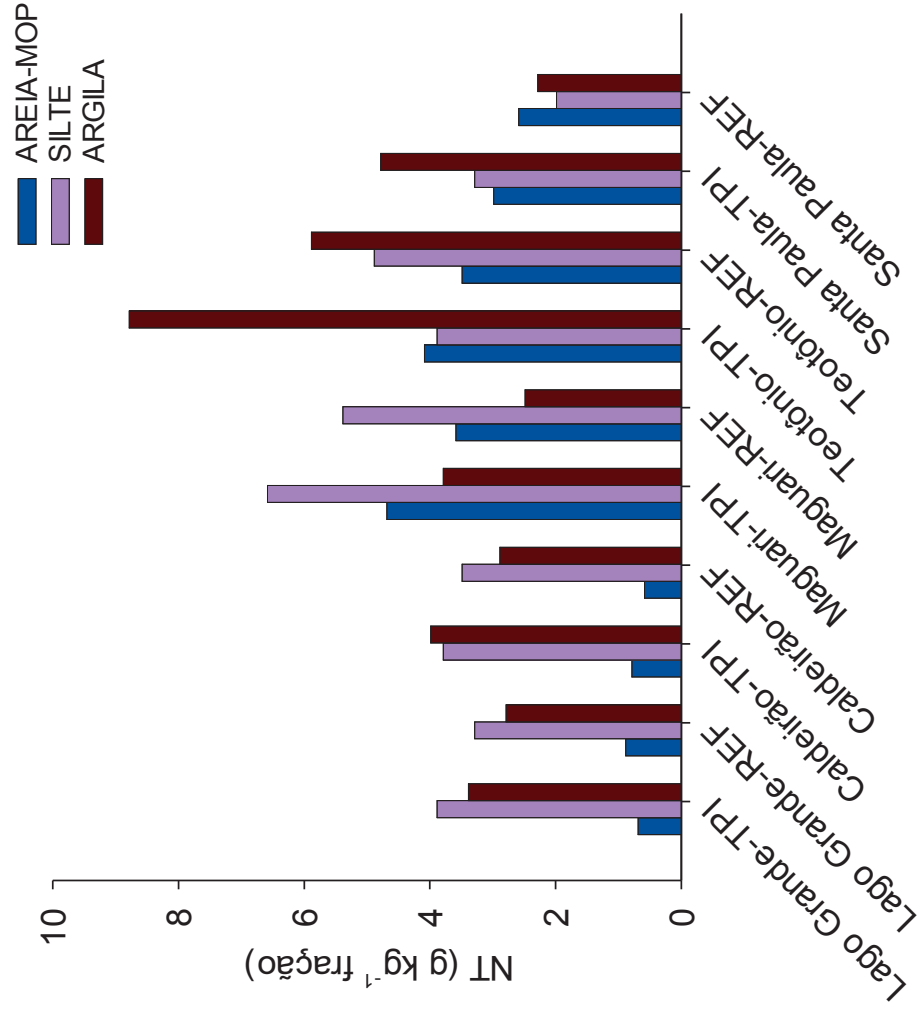
APÊNDICE 21 – CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT) E NITROGÊNIO TOTAL (NT) NO DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLOS REFERÊNCIAS (REF) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).



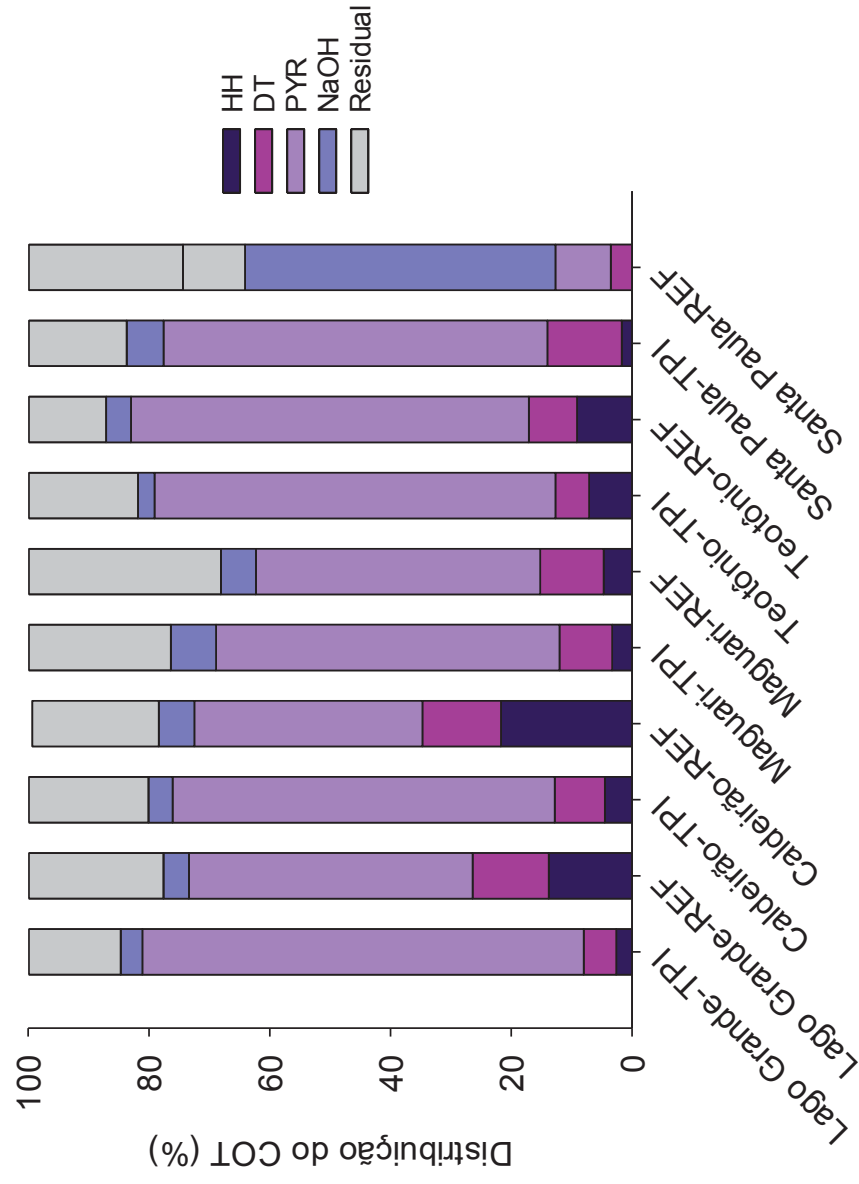
APÊNDICE 22 - CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT) DE FRAÇÕES FÍSICAS EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLOS REFERÊNCIAS (REF) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).



APÊNDICE 23 – CONCENTRAÇÃO DE CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT) DE FRAÇÕES FÍSICAS EM MICROAGREGADOS (< 0,5 mm) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLOS REFERÊNCIAS (REF) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).



APÊNCIDE 24 - DISTRIBUIÇÃO DO CARBONO ORGÂNICO TOTAL (COT) EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ , DITIONITO DE SÓDIO  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ , PIROFOSFATO DE SÓDIO  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  e HIDRÓXIDO DE SÓDIO  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$  DA FRAÇÃO ARGILA EM MICROAGREGADOS ( $< 0,5 \text{ mm}$ ) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLOS REFERÊNCIAS (REF) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).



APÊNCIDE 25 – DISTRIBUIÇÃO DO FERRO TOTAL EXTRAÍVEL COM HIDROXILAMINA  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ , DITIONITO DE SÓDIO  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$ , PIRÓFOSFATO DE SÓDIO  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  e HIDRÓXIDO DE SÓDIO  $0,2 \text{ mol L}^{-1}$  DA FRAÇÃO ARGILA EM MICROAGREGADOS ( $< 0,5 \text{ mm}$ ) DA CAMADA DE 0-10 cm DE TERRA PRETA DE ÍNDIO (TPI) E SOLOS REFERÊNCIAS (REF) NOS SÍTIOS LAGO GRANDE E CALDEIRÃO (IRANDUBA-AM), MAGUARI (BELTERRA-PA), TEOTÔNIO E SANTA PAULA (PORTO VELHO-RO).

